ATAS GL international

OPTIC-4 Multimode GC Inlet

取扱説明書

www.atasgl.com

免 責

ATAS GL International B.V.は、本取扱説明書の利用または情報について一切の表明または保証を行わず、市場性または特定目的への適合性を明示または暗示の保証をすることなく提供するものです。さらに ATAS GL International B.V.は、第三者にまたは改訂あるいは変更の内容を通知する義務を有することなく、本取扱説明書の改訂・変更を行うことができる権利を有します。

ATAS GL International B.V. makes no representations or warranties with respect to the contents or use of this manual and specifically disclaims any express or implied warranties of merchantability or fitness for any particular purpose. Further ATAS GL International B.V. reserves the right to revise this manual and to make changes to its content at any time, without obligation to notify any person or entity of such revisions or changes. The instruments are similarly subject to change without notice.

著作権

購入者の個人使用目的を例外に、本取扱説明書のいかなる部分も、著作権者から事前に文書による許諾を得ることなく、いかなる方法によっても無断で複写、複製、配布をしてはいけません。

No part of this manual may be reproduced or transmitted in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and recording, for any purpose other than the purchaser's personal use without the written consent of the copyright holder.

ATAS GL International B.V., 2010-2011. All rights reserved.

ATAS GL International B.V.
De Sleutel 9
5652 AS Eindhoven
The Netherlands
Telephone: +31 (0)40 254 95 31
Fax: +31 (0)40 254 97 79
E-mail: info@atasgl.com
Web site: www.atasgl.com

来 歴

Document Number: 2406-8014

日付	番号	詳 細
01-04-2011	1.0	Initial issue 第一版

CE Declaration of Conformity

Manufacturer:	ATAS GL International B.V. De Sleutel 9, 5652 AS Eindhoven, The Netherlands Tel: +31 (0)40 254 95 31, Fax: +31 (0)40 254 97 79 www.atasgl.com, info@atasgl.com
Model:	OPTIC-4
Type of Equipment:	Multimode GC Inlet
Application of Council Directives:	73/23/EEC Directive as last amended by EC 93/68/EEC (Low Voltage Directive) & 89/336/EEC Directive as last amended by EC 91/263/EEC & 92/31/EEC (EMC Directive)
Certification Body:	Dijkstra Advies, Research & EMC Consultancy B.V., Woerden, The Netherlands
Product Examined to:	EN 61010-1 (1993) EN 61010-1 A2 (1995) EN 61000-3-3 (1995) +A1 (2001) EN 61000-3-2 (2000) EN 61326 (1997) +A1 (1998) + A2 (2001) Class B EN 55022 (1998) +A1 (2000) Class B
Certificates:	Certificate of Conformity to Low Voltage Directive 73/23/EEC No. Certificate of Conformity to EMC Directive 89/336/EEC No.

ATAS GL International B.V. hereby declares under our sole responsibility that our OPTIC-4 Multimode GC Inlet when installed in accordance with installation specifications is in conformity with the above Directives and Standards:

N. Gribov
Product Development Manager

Date: March 31, 2011

目　　次

1. 使用上の注意事項 1-1
1.1 一般注意事項 1-1
1.2 据付時の警告と注意事項 1-1
1.3 操作時の警告と注意事項 1-2
1.4 警告ラベル表示 1-3
1.5 クライオトラップの警告と注意事項 1-3
2. 装置概要 2-1
2.1 性能の向上 2-1
2.2 ガス流量制御の向上 2-1
2.3 柔軟性の向上 2-2
2.4 互換性 2-2
3. 装置説明 3-1
3.1 制御ユニット 3-1
3.2 キーパッド 3-1
3.3 装置の状態を示す LED 3-2
3.4 背面のコネクターパネル 3-3
3.5 ガス流量制御 3-5
3.6 注入口 3-5
3.7 OPTIC-4 ローカルコントロール 3-7
3.8 OPTIC-4 キーパッド 3-7
3.9 装置の状態を示す LED 3-7
3.10 PC からの制御 3-8
3.11 クライオトラップ (出荷時オプション) 3-8
3.11.1 クライオトラップの装置構成 3-8
3.11.2 制御部背面への接続 3-8
3.12 追加ガスチャンネル(Auxiliary EFC Unit) 3-8
3.13 Master/Slave モード 3-9
4. 装置の据付 4-1
4.1 注入口の取り付け 4-1
4.1.1 取り付け場所 4-1
4.1.2 取り付け 4-2
4.1.3 ガス配管 4-2
4.1.4 キャリヤガス配管 4-3
4.1.5 注入口ガスラインの接続 4-3
4.1.6 外付け用溶媒センサーの接続 4-3

4.1.7 排出口、セプタムパージガス排出口 4-4
4.1.8 注入口冷却のための配管 4-4
4.2 電気系の接続 4-5
4.2.1 注入口パワーケーブルの接続 4-5
4.3 外部機器とのやり取り 4-5
4.4 ホスト PC への接続 4-5
4.5 ライナーおよびカラムの取り付け 4-6
4.5.1 ライナーの取り付け 4-6
4.5.2 カラムの取り付け 4-6
4.6 クライオトラップの取り付け 4-8
4.6.1 クライオトラップ制御ボードの取り付け 4-8
4.6.2 GC オーブン内にクライオトラップの取り付け 4-8
4.6.3 カラムの取り付け 4-9
4.6.4 トラップ位置の調整 4-9
4.6.5 冷却用ガス配管の接続 4-9
4.6.6 クライオトラップの電気関係接続 4-10
5. ソフトウエアのインストールと設定 5-1
5.1 はじめに 5-1
5.2 必要な PC 環境 5-1
5.3 Evolution Workstation のインストール方法 5-1
5.4 通信パラメータの設定 5-2
5.4.1 USB 通信 5-2
5.4.2 LAN 通信 5-4
5.5 General Configuration Parameters（一般構成パラメータ） 5-5
5.6 Standby Parameters（スタンバイパラメータ） 5-5
5.7 System Configuration Parameters （システム構成パラメータ） 5-6
5.8 Auxiliary Outputs（外部出力） 5-7
5.9 External Communication（外部通信の設定） 5-8
5.10 Access Control（アクセスコントロール） 5-8
6. 基本操作 6-1
6.1 装置パラメータ 6-1
6.2 装置の始動と停止 6-1
6.3 Evolution Workstation 状態表示画面 6-2
7. メソッドの作成と実行 7-1
7.1 はじめに 7-1
7.2 メソッドの種類 7-1
7.2.1 SPLIT （スプリット）メソッド 7-1

7.2.2 SPLITLESS（スプリットレス）メソッド 7-1
7.2.3 LARGE VOLUME INJECTION（大量注入）メソッド 7-2
7.2.4 LINEX-TD と LINEX-DMI メソッド（直接加熱脱着法） 7-2
7.2.5 EXPERT（エキスパート）メソッド....7-3
7.3 メソッドの新規作成 7-3
7.4 メソッドパラメータ 7-5
7.4.1 メソッドパラメータの一般説明....7-5
7.4.2 温度に関するパラメータ 7-5
7.4.3 カラム流量パラメータ 7-6
7.4.4 溶媒排出のパラメータ 7-7
7.4.5 スプリット流量パラメータ 7-7
7.4.6 外部出力....7-7
7.4.7 EXPERT（エキスパート）メソッドのパラメータ....7-8
7.5 メソッドの実行 7-9
7.5.1 EVOLUTION WORKSTATION からメソッドの実行....7-10
7.5.2 EVOLUTION WORKSTATION からメソッドの停止 7-10
7.6 メソッドの最適化 7-10
7.7 作成済みメソッドを Expert（エキスパート）に変換....7-10
8. シーケンスの作成と実行 8-1
8.1 Evolution Workstation でシーケンスを作成する方法 8-1
8.2 Evolution Workstation でシーケンスを実行・停止する方法 8-1
9. OPTIC-4 の特長....9-1
9.1 溶媒排出と溶媒モニター 9-1
9.2 溶媒による冷却効果....9-2
9.3 最終温度のフローティング 9-2
9.4 Expert メソッドでの負の温度勾配 9-3
9.5 冷却バルブの設定 9-3
9.6 外部出力....9-3
9.7 クライオトラップの制御....9-3
9.8 技術情報....9-4
10. クライオトラップの操作....10-1
10.1 クライオトラップの設定....10-1
10.2 クライオトラップの温度プロフィール 10-1
11. 保　守....11-1
11.1 日常の保守....11-1
11.2 洗　浄　....11-1
11.3 キャリヤガスのガス漏れ確認 11-2

11.4 サービス 11-4
12. トラブルシューティングとエラーメッセージ 12-1
12.1 トラブルシューティング 12-1
12.1.1 電源が入らない 12-1
12.1.2 注入口が加熱されない 12-1
12.1.3 注入口の加熱が遅い 12-1
12.1.4 注入口の冷却が遅い 12-2
12.1.5 流量/圧力が設定値まで到達しない 12-2
12.2 エラーおよび警告 12-2
12.2.1 注入口温度センサーの異常 12-2
12.2.2 注入口グランドの異常 12-2
12.2.3 注入口オーバーパワー 12-2
12.2.4 注入口温度が上限をオーバー 12-3
12.2.5 クライオトラップ温度センサーの異常 12-3
12.2.6 クライオトラップグランドの異常 12-3
12.2.7 クライオトラップオーバーパワー 12-3
12.2.8 クライオトラップ温度が上限をオーバー 12-3
12.2.9 注入口温度の警告 12-3
12.2.10 クライオトラップ温度の警告 12-4
12.2.11 注入口圧力の警告 12-4
12.2.12 追加ライン流量の警告 12-4
13. 技術仕様 13-1
補足資料 A: OPTIC-4 のパラメータ初期値 A-1
補足資料 B: 背面のコネクター関係 B-1
補足資料 C: 部品、消耗品、交換用部品 C-1
補足資料 D: メソッドのプロフィール例 D-1
補足資料 E: ライナーの種類 E-1

1. 使用上の注意事項

この章では、OPTIC-4 の取り付けおよび運転中に守らなければいけない注意について述べます。また、本マニュアルの中には随所に、安全に関する事項について述べています。本装置を取り付けあるいは運転する前に、本マニュアルを最後まで読んでください。もしも疑問の点がありましたら、そのまま先に進まず、最寄りの営業所にご確認ください。

1.1 一般注意事項

1. OPTIC-4 は特定された分析のみにご使用ください。

2. 本取扱説明書に記述されている手順に従ってください。

3. ATAS GL International B.V.または正規代理店の許可無しに、けっして装置の改造または分解を行わないでください。

1.2 据付時の警告と注意事項

OPTIC-4 は、適切なトレーニングを受けたオペレーターによって実験室環境下で据付、使用することを前提に設計されています。装置を据付、試運転する前に、現地法規則に従って関連する安全法規制に準拠していることを確認してください。

1. OPTIC-4 は、危険を伴わずに分析が行えるような、適切な設備を持った実験室で使用することを前提としています。分析に使用する溶媒は可燃性、毒性があり、その取り扱い、保管に関しては注意してください。装置は換気の良い実験室に据え付けてください。一般規定では溶媒は耐火性キャビネットに保管され、その使用時には保護服と安全メガネの着用が義務付けられています。

2. OPTIC-4 の据え付けが完了するまでは、OPTIC-4 と搭載する GC の両方とも、電源ケーブルを主電源に接続しないでください。OPTIC-4 の電源は、アースがしっかり取られている電源から供給されなければいけません。

   所要電力: AC 単相 100-240V, 電源周波数 50-60 Hz
   通常消費電力 150VA
   最大消費電力 450 VA

3. 付属の電源ケーブル以外のケーブルを使用しないでください。発火、感電の危険があります。

4. 注入口のパワーケーブルと端子間の接触はとても重要です。締め込み不足が原因で接触が十分でない場合、仕様通りの性能が発揮できないばかりか、端子部が異常加熱になる場合があります。

   使用環境: 温度: 18 - 40°C
   湿度: 40 - 70%

5. OPTIC-4 の電子制御バルブ EFC は、水素を除き可燃性、腐食性、毒性の流体用に設計されていません。

   キャリヤガス: ヘリウム、窒素、水素
   供給圧力: 300 - 700 kPa まで
   純度: 99.995%以上

6. 水素を GC のキャリヤガスとして使用する場合は、危険性を伴います。水素を GC、GC/MS のキャリヤガスとして使用する場合は、特別な注意を払ってください。

7. OPTIC-4 は圧縮空気を用いて注入口を冷却します。その冷却用バルブは、仕様から外れる高い圧力によって破損する可能性があります。700 kPa を超える供給圧力にならないよう注意してください。

   冷却用空気: 油分、水分を除去した圧縮空気
   供給圧力: 最大 700 kPa まで

1.3 操作時の警告と注意事項

1. 有機溶媒の殆どが何らかの毒性を持っています。装置の排出口から、大量の溶媒蒸気が出る可能性があります。このガスを換気フードで集めて排気するか、あるいは活性炭を使ったトラップを出口に装着することを、強くお勧めします。その場合、使用する配管が抵抗になって、正常な制御の妨げにならないよう注意してください。

2. ガス漏れ確認を行うときは、リークディテクターを使用してください。石鹸水や類似のものは、決して使用しないでください。注入口内部やカラム内を汚染してしまう場合があります。

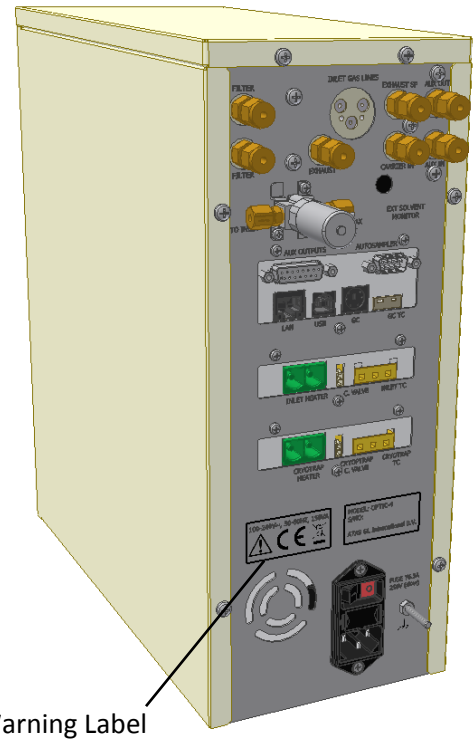
3. OPTIC-4 制御ユニット内部には、危険電圧を伴う部分があります。装置に故障・不具合が発生した場合でも、自ら分解や改造を行うことは止めてください。

4. 注入口は瞬時に高温まで達します。注入口部分は、装置の電源を切った後でもしばらくは高温のままになっています。そのため、注入口周辺での作業を行う場合は十分に注意してください。特に注入口のライナーを交換するときは、注入口の温度が 40°C 以下になるまで待ってから行ってください。

5. OPTIC-4 の電子制御バルブ EFC は、仕様から外れる高い圧力によって破損する場合があります。700 kPa を超える供給圧力にならないよう注意してください。

1.4 警告ラベル表示

HIGH VOLTAGE: Disconnect power cable before removing any units cover.
（**高電圧:**ユニットカバーを外す場合は必ず電源ケーブルを電源から外してください）



Warning Label
警告ラベル

1.5 クライオトラップの警告と注意事項

以下に、出荷時オプションとなるクライオトラップを搭載した OPTIC-4SC と OPTIC-4DC についての注意事項を示します。

1. クライオトラップは、液体窒素を使用して低温にします。液体窒素およびクライオトラップを使用する前に、液体窒素の正しく安全な取扱いを取得している熟練者から確認・指導を受けてください。

2. 液体窒素は低温火傷の危険を伴います。取扱い時は、必ず専用保護手袋とゴーグル（安全メガネではない）を着用してください。また断熱されていない金属配管や部品に保護されていない体の一部がけっして接触しないよう注意してください。極低温の金属部は瞬時に貼りついて、退避しようとした際に裂傷を起こす危険性があります。

3. 液体窒素ベッセルは安定した場所に設置してください。また、その取り扱いには衝撃などを与えないようにしてください。

2. 装置概要

今までのガスクロマトグラフ（GC）には、機能が非常に限定された注入口が装備されていました。OPTIC-4 はとても優れた温度制御と流量制御を有する高機能の多目的注入口で、殆どの GC 分析に使用することができます。一般的 GC の注入口は単一機能であるため、分析目的によっては 2 種類、またはそれ以上の種類の注入口を必要とする場合があります。
OPTIC-4 は、従来のスプリット・スプリットレス注入法も当然ながら、GC システムの感度向上に大量注入法、固体試料から低沸・中沸成分の加熱脱着法、ポリマー材料の熱分解法、または汚れた試料の導入（DMI 法）など、これらすべての試料導入方法を扱うことが可能です。

OPTIC-4 は、注入口、制御ユニットそして制御用ソフトウエアから構成されています。制御用ソフトウエアは、マイクロソフトウエア社の Windows XP, Vista, または Windows 7 が動作するコンピューターにインストールして使用します。

OPTIC-4 には、5 種類の機種があります。一番基本となる機種は OPTIC-4S です。OPTIC-4D は、追加流調が付属されています。OPTIC-4SC と OPTIC-4DC は、クライオトラップが付属されています。OPTIC-4PTV は、OPTIC-4S の簡易版で流調は付属されていません。

必要に応じて、本取扱説明書をご覧ください。また、巻末の補足資料にも様々な情報が記載されていますので、ぜひ参考にしてください。据付に関する詳細情報は、別途付属の「据付マニュアル」を参考にしてください。

2.1 性能の向上

適切な条件設定を行えば、OPTIC-4 は試料導入時に問題となる分別蒸留気化現象を最小に抑えることができます。オンカラム注入に匹敵する再現性を持ちながら、「汚れた」試料でも処理できる高い許容度を持っています。従来のホットスプリットおよびスプリットレス注入口と比べて、試料の熱による劣化が少なくなりました。試料がどの様に処理されるかということに関して、分析者が決定できる余地が拡大しました。

2.2 ガス流量制御の向上

OPTIC-4 には、優れたガス流量制御機能を有しています。OPTIC-4S と OPTIC-4SC には、メインチャンネルの流量制御部を持っており、OPTIC-4D と OPTIC-4DC にはさらに追加のガス流量制御部を持っています。

メインチャンネルの流量制御部は、キャリヤガスのトータル流量と注入口内の圧力の制御を行います。これによって、スプリット流量とカラム流量を制御します。セプタムパージ流量は独立した制御系によって制御します。キャピラリーカラムのように少ないカラム流量を直接制御することが難しいことから、カラムの入口圧、つまり注入口内の圧力を制御します。そのために、キャリヤガスの種類、カラムの径、長さ、そして GC オーブン内の温度情報から圧力を計算しています。OPTIC-4 は、どの GC にも搭載できるように、GC オーブン温度を直接読み取る機能を持っていて、正確な流量制御を行うことができます。

追加オプションのガス流量制御部は、注入口内バックフラッシュなど用途に応じて流量制御を行います。

2.3 柔軟性の向上

OPTIC-4 は、ホットスプリット、ホットスプリットレス、コールドスプリット、コールドスプリットレス、およびオンカラム注入の全てに使用できます。これらの試料導入方法についいは、第 7 章の「メソッドの作成と実行」で詳細の説明をします。また従来の注入口では考えられなかった注入モードも使用できます。大量注入、熱脱着および熱分解などの機能が、標準として装備されています。

OPTIC-4 は、注入口内で試料がどの様にカラム内に導入されるかをコントロールする上で、通常の注入システムに比べてはるかに大きな自由度があります。OPTIC-4 は、注入口の温度、カラム流量とスプリット流量を自由に選択することができます。その結果、試料の注入に関して多くの新しい方法が考えられるようになりました。また OPTIC-4 は、GC やオートサンプラー、そして外部機器と容易にリンクできるよう配慮されています。

2.4 互換性

OPTIC-4 は、一般的に使用されている GC と GC-MS の中の、ほとんどのメーカーおよびモデルのものと互換性を持たせて設計してあります。また、搭載後にお手持ちのオートサンプラーを使用することもできます。互換性に関して何か疑問をお持ちの場合は、最寄りの営業所にお問い合わせください。また、下記 Web サイトに詳細の情報を掲載しています。
www.atasgl.com

インタフェースについては、本取扱説明書の機器およびシステム構成、さらに補足資料に詳しく説明しています。

3. 装置説明

OPTIC-4 は、制御ユニット、注入口と出荷時オプションのクライオトラップから構成されており、ご使用になるガスクロマトグラフに据え付けします。

3.1 制御ユニット

制御ユニット（図 3.1）は、演算処理 CPU、注入口温度制御とガス流量制御、ユーザーインタフェース、電源供給部、PC、GC、オートサンプラーや外部機器との通信、そして出荷時オプション(OPTIC-4SC と OPTIC-4DC)のクライオトラップ制御から構成されています。

図 3.1 OPTIC-4 制御ユニット

3.2 キーパッド

OPTIC-4 の制御ユニット前面には、簡単なキーパッドがあります。2 つのキー、**RUN/END RUN** と **STANDBY** を操作して、メソッドの初期化や実行を行います。
RUN/END RUN キーは、メソッドの初期化中、または初期化が終わって“Waiting for Ready In” か “Waiting for Run In”の待機中であっても、強制的にメソッドを実行することができます。またこのキーで、メソッドの実行を途中で停止した場合は、同じメソッドの初期化を行います。

STANDBY キーは、メソッドの初期化中、または初期化が終わって“Waiting for Ready In” か “Waiting for Run In”の待機中に、**END RUN** と **STANDBY** キーを押して、スタンバイ状態にします。さらに詳細な操作については、PC で動作する Evolution Workstation から行います。

キーパッドの外観を図 3.2 に示します。

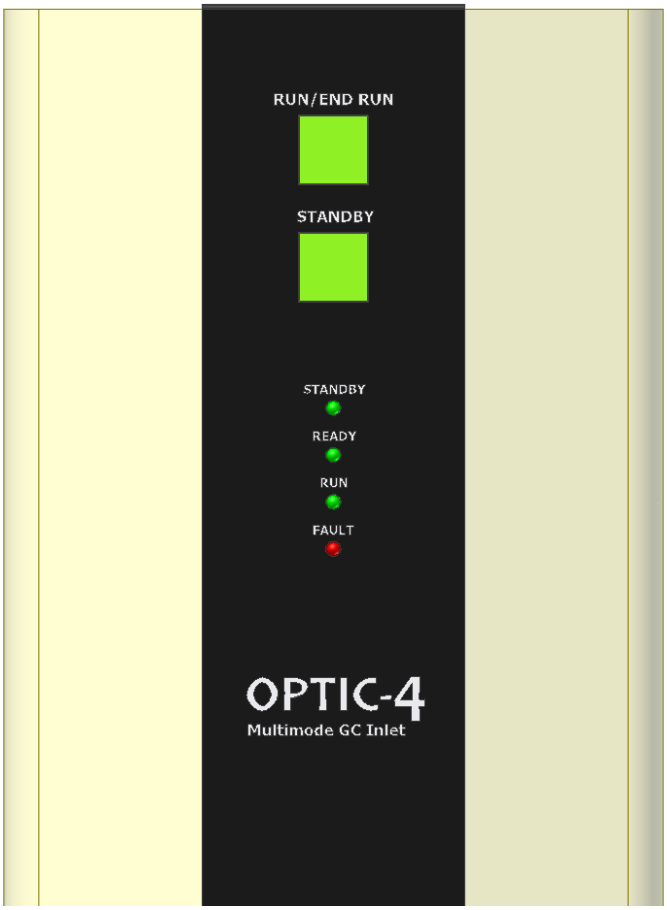


図 3.2 OPTIC-4 制御ユニット前面パネル

3.3 装置の状態を示す LED

装置が今どのような状態にあるのか、LED で読み取ることができます。

- **STANDBY** – 装置がスタンバイの状態であることを示します。スタンバイ時は Evolution Workstation ソフトウエアの“Standby Parameters” で設定された温度、流量などの設定が装置に反映されています。
- **READY 点滅** – メソッドが初期化中、または GC やオートサンプラーから“**Ready In**“ 信号を待っている状態を示します。
- **READY** – メソッドの初期設定が完了し、いつでも起動できる状態を示します。

- **RUN 点滅 –** GC やオートサンプラーから**"Run In"** 信号を待っている状態を示します。
- **RUN –** メソッドが実行中である状態を示します。
- **FAULT –** 装置に何らかのエラーが発生し、その回避と再起動を要求している状態を示します。

3.4 背面のコネクターパネル

図 3.3 に示した制御ユニットの背面には、キャリヤガスの接続部と、注入口、PC、GC、オートサンプラー、オプション機器そして主電源の電気的な接続部があります。主電源のインレットには保護用のヒューズが含まれています。

"Carrier In"には、キャリヤガスの供給元を接続します。 **"Inlet Gas Lines"**には、それと対応する注入口からの配管を接続します。

"Exhaust" と **"SP Exhaust"**からは、注入口から排出されるガスの出口です。必要に応じて、抵抗にならないように適切な配管を行って、系外に排出してください。

"Filter" はスプリットラインのフィルターを接続します。（出荷時にフィルターは装着済み）

"Aux In" と **"Aux Out"**は、OPTIC-4D と OPTIC-4DC に搭載されている追加ガスチャンネル用です。このチャンネルは、例えばバックフラッシュ流量の制御などに使用します。

"Air In"には、注入口を冷却するための圧縮空気の供給元を接続します。**"To Inlet"**には、PTFE 配管を使って、注入口にある冷却用ガス接続口に接続します。

"Inlet TC" と **"Inlet Heater"**には、それぞれ注入口の温度センサーとヒーター線を接続します。**"C. Valve"**は、注入口冷却制御用バルブを接続します。

"GC TC"には、付属されている GC オーブン温度測定用温度センサーを接続します。
OPTIC-4 制御ユニットと制御用ソフトが動作する PC 間は、USB 通信または LAN（イーサーネット）通信のどちらかを選択します。その設定は、ソフトウエアの Configuration（設定）メニューから行います。（第 5 章「ソフトウエアのインストールと設定」を参照してください。）

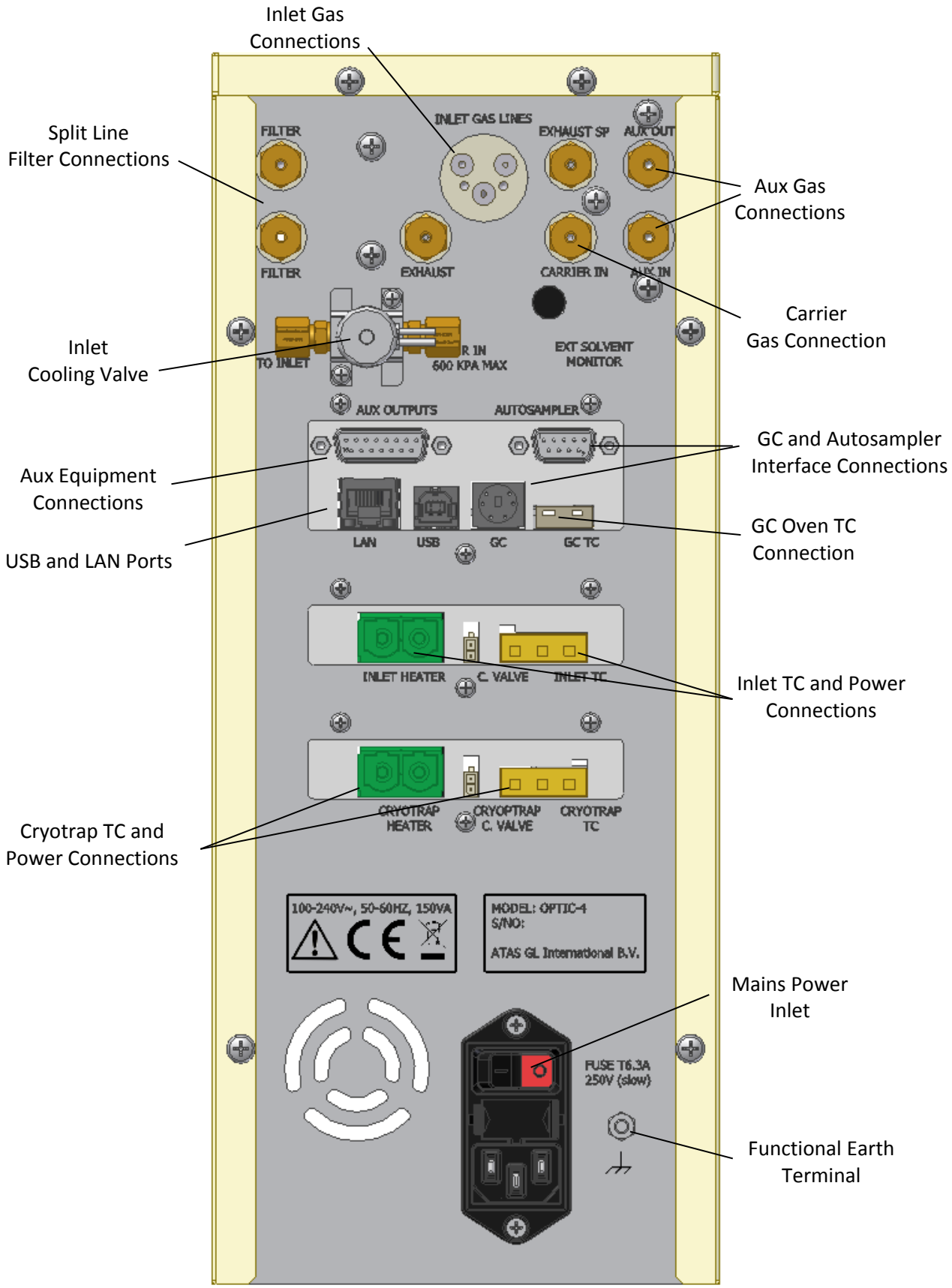


図 3.3 OPTIC-4-DC 背面パネル

背面パネルには、ガスクロマトグラフとオートサンプラー用の接続コネクター、また外部入出力の接続コネクターがあります。これらの設定は、制御用ソフトウエアを使用して Configuration（設定）メニューと I/O（入出力）メニューから行います。（制御用ソフトのオンライヘルプを参照してください。）コネクターのピン番号とその説明は、補足資料 B「背面コネクター」に記載しています。

OPTIC-4SC と OPTIC-4-DC では、" **Cryotrap C. Valve**"にクライオトラップ冷却用に供給する冷媒ガス（例：液体窒素）を制御するバルブを接続します。また、" **Cryotrap TC**"と"**Cryotrap Heater**"には、クライオトラップの温度センサーとヒーター線を接続します。

3.5 ガス流量制御

図 3.4 に、OPTIC-4 のガス流路について、その概略図を示します。OPTIC-4D と OPTIC-4DC だけに、追加のガス流量制御部が搭載されます。

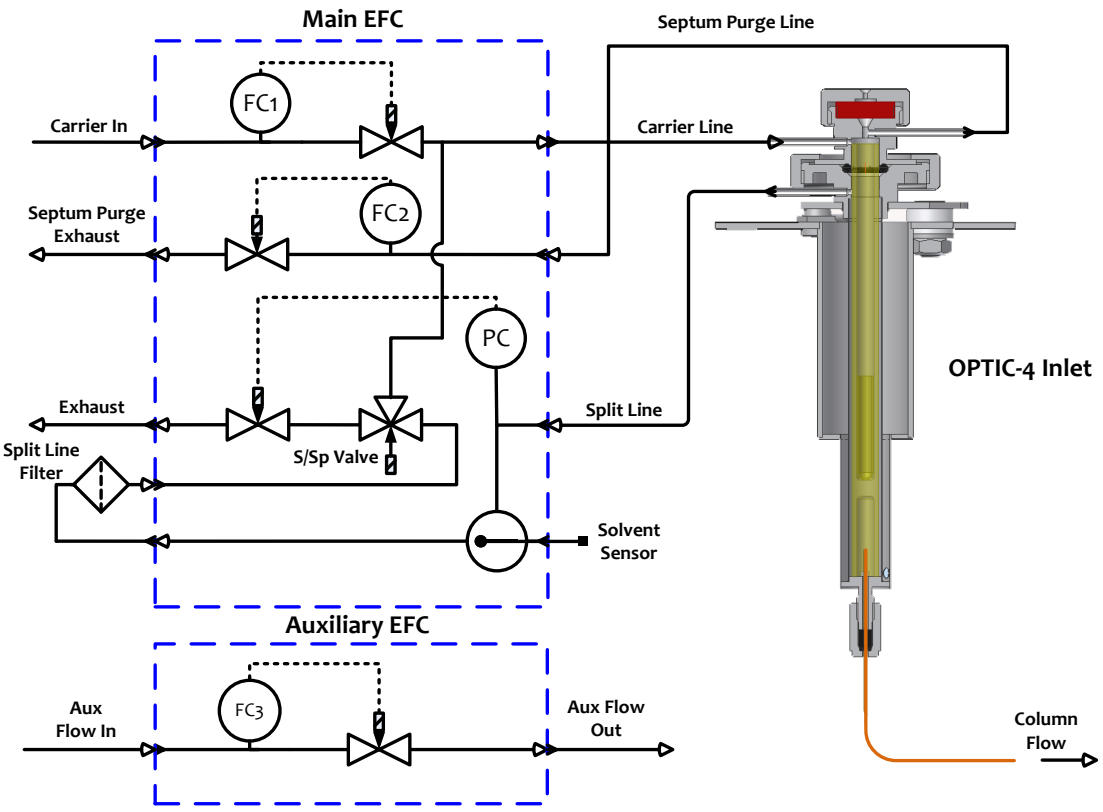
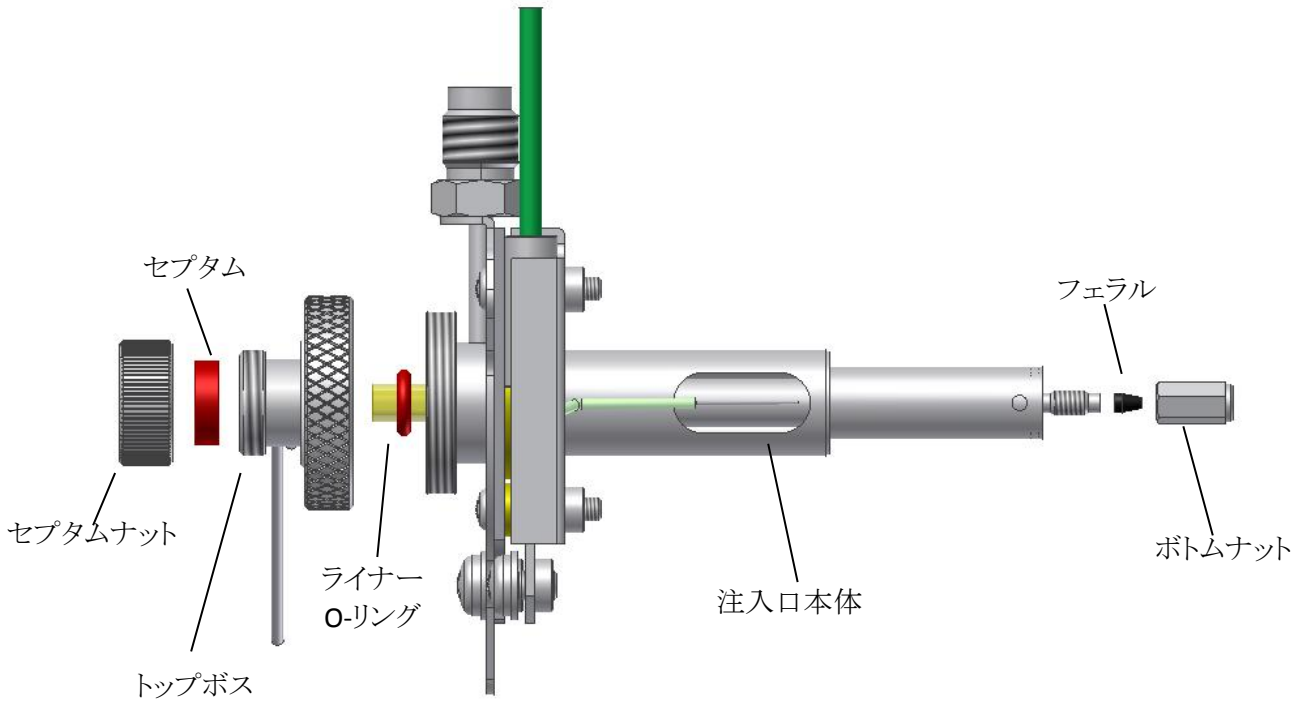


図 3.4 OPTIC-4 ガス流量制御

3.6 注入口

OPTIC-4 の注入口は、使用する GC に搭載します。そして、制御ユニットとガス関係の配管および電気関係の接続を行います。GC への搭載方法は、第 4 章「装置の据付」に記載しています。また、図 3.5 に、注入口の構成を示します。

側面図



上面図

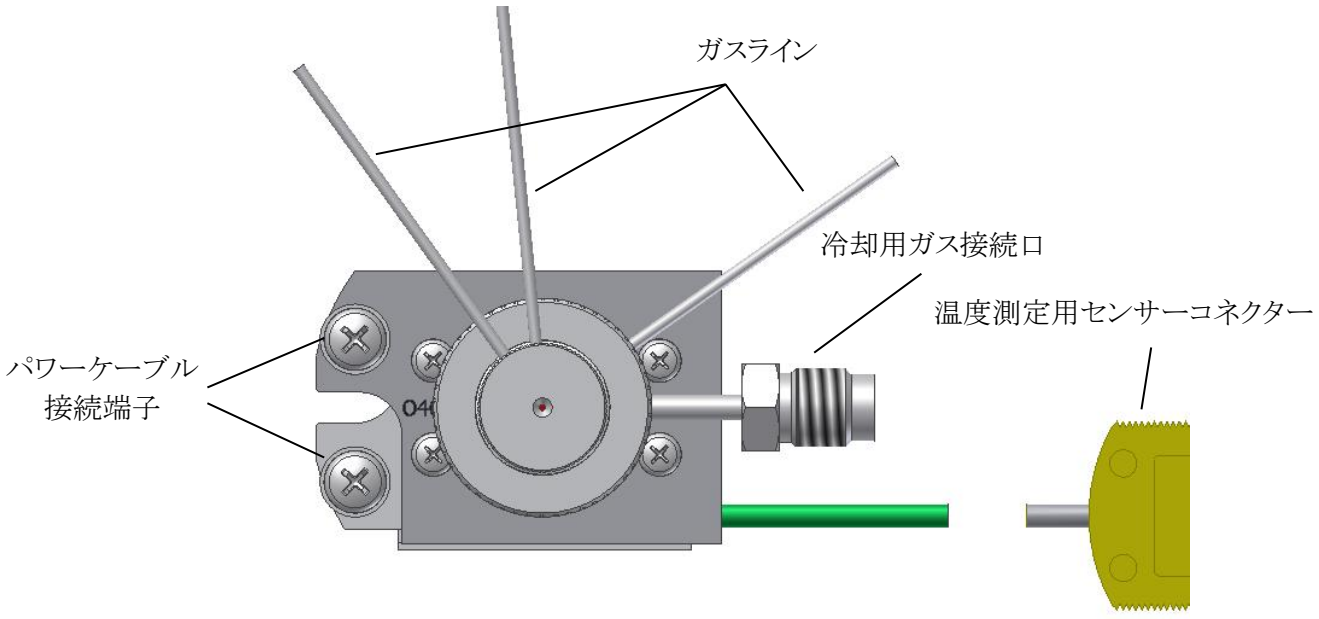


図 3.5 注入口の概略図

3.7 OPTIC-4 ローカルコントロール

OPTIC-4 のローカルコントロールは、いたって簡素化されています。メソッドの作成や複雑な制御は、OPTIC-4 に接続されている PC 上で動作する Evolution Workstation によって行います。

OPTIC-4 の前面にある 2 つのキーを押してできる操作内容は、

- 初期化済みのメソッドの実行、または実行中のメソッドの停止する
- **END RUN** と **STANDBY** を押すことで、いつでもスタンバイ状態にする
- ファームウエアを更新できる状態にする

OPTIC-4 の電源投入後、システムは初期化の動作を実行します。この間全ての LED が点灯します。初期化の動作が終了すると、"STANDBY"の LED だけが点灯します。

3.8 OPTIC-4 キーパッド

OPTIC-4 のキーパッドには 2 つのキーがあり、以下の機能があります。

RUN/END RUN - メソッドの初期化中、または初期化が終わって"Waiting for Ready In" か "Waiting for Run In"の待機中であっても、強制的にメソッドを実行することができます。またメソッドの実行を途中で停止した場合は、同じメソッドの初期化を行います。

STANDBY - メソッドの初期化中、または初期化が終わって"Waiting for Ready In" か "Waiting for Run In"の待機中に、**END RUN** と **STANDBY** キーを押して、スタンバイ状態にします。

RUN と STANDBY キーを同時に 15 秒間押し続けると、ファームウエアの更新が可能な状態になります。更新を行う場合は、USB 通信が必要です。

3.9 装置の状態を示す LED

装置の状態は、以下の LED で表示されます。

- **STANDBY :** 装置がスタンバイの状態であることを示します。スタンバイ時は Evolution Workstation ソフトウエアの"Standby Parameters" で設定された温度、流量などの設定が装置に反映されています。
- **READY 点滅:** メソッドが初期化中、または GC やオートサンプラーから"**Ready In"** 信号を待っている状態を示します。
- **READY:** メソッドの初期設定が完了し、いつでも起動できる状態を示します。
- **RUN 点滅:** GC やオートサンプラーから"**Run In"** 信号を待っている状態を示します。
- **RUN:** メソッドが実行中である状態を示します。
- **FAULT:** 装置に何らかのエラーが発生し、その回避と再起動を要求している状態を示します。

3.10 PC からの制御

付属の Evolution Workstation を P C にインストールすることで、OPTIC-4 を制御することができます。OPTIC-4 で使用するメソッドは、このソフトウエアを用いて作成します。OPTIC-4 単独では、メソッドを作成することはできません。

3.11 クライオトラップ (出荷時オプション)

OPTIC-4 のクライオトラップは、キャピラリーガスクロマトグラフ分析における低沸点成分ピークのテーリングやブロードなピーク幅を改善する目的があります。注入口に接続されている分析カラムの一部を冷却し、注入口で気化した低沸点成分を一度濃縮してバンドを狭めます。そして、一気に急速加熱し狭いピーク幅を維持したまま、分析を行います。急速冷却と急速加熱は、再現性の良いデータを得るために必要です。

冷却に使用する冷媒は、液化炭酸ガスまたは液体窒素から選択します。いずれの場合も、クライオトラップ本体、制御基板、制御バルブが付属されます。クライオトラップ本体は、GC オーブン内に設置し、付属される中継ケーブルを使用して制御基板に接続します。制御バルブは液化炭酸ガスボンベまたは液体窒素ベッセル（別途ご用意ください）に接続します。クライオトラップオプションは OPTIC-4SC と OPTIC-4DC に組み込まれていますが、他の機種でもバージョンアップすることで使用することが可能です。

注意してください！

制御バルブは専用になっていますので、他の冷媒ガスには使用できません。
（例：液体窒素用バルブは液化炭酸用には使用できない）

3.11.1 クライオトラップの装置構成

クライオトラップの装置構成は、OPTIC-4 の制御部に搭載されているクライオトラップ制御ボード、GC のオーブン内に設置するトラップ部、制御バルブ、断熱チューブと中継ケーブルから成ります。トラップ管は内径 1mm で、非常に低温から最高 350°C まで最大 60°C/sec で急速加熱します。トラップ管は、液化炭酸ガスまたは液体窒素で冷却されます。そのときトラップ管に保持された試料は、次の急速な加熱によって分析カラムに導入されます。これら一連の制御は、OPTIC-4 の制御部によって行われます。

3.11.2 制御部背面への接続

OPTIC-4 制御部背面(図 3.3)に、トラップのヒーター(**"Cryotrap Heater"**)、温度センサー(**"Cryotrap TC"**)、そして制御バルブ(**“Cryotrap C. Valve”**)を接続します。

3.12 追加ガスチャンネル(Auxiliary EFC Unit)

OPTIC-4D と OPTIC-4DC は、追加のガス流量制御部が搭載されます。**"Aux In"**には使用するガスの供給元に接続します。**"Aux Out"**に、例えばバックフラッシュなど流量制御を行う対象に接続します。

3.13 Master/Slave モード

OPTIC-4 が GC やオートサンプラーと、どのようなやり取りを行うかによって、OPTIC-4 がその中心になるのか、それとも他の機器に従属するのかを、Evolution Workstation ソフトウエア内の”Configuration”メニュー内で設定します。初期値は“Master”になっています。

OPTIC-4 “Master” Mode(OPTIC-4 が主)

OPTIC-4 を Mater(主)で設定したとき、OPTIC-4 はメソッド条件の初期化を行った後、GC からのレディー入力”Ready In” (1)を待ちます。(図 3.7).

レディー出力”Ready In”を受け取ると、OPTIC-4 は平衡化時間を終えた後に、オートサンプラーにレディー出力”Ready Out” (2)を出します。そして、オートサンプラーによる試料注入が終わると、オートサンプラーからスタート信号”Run In” (3)を受け取り、メソッドが開始するのと同時に、GC へ分析開始を知らせるスタート信号”Run Out” (4)を出力します。

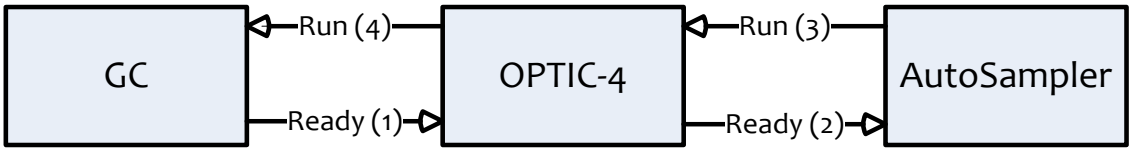


図 3.7 OPTIC-4 が”Master”(主)のときの状態説明

キーパネル上の”Run”または、制御ソフト上からのスタートによって、OPTIC-4 はどのような状態にあっても、メソッドを実行開始します。

OPTIC-4 “Slave” Mode(OPTIC-4 が従)

OPTIC-4 を Slave(従)で設定したとき、OPTIC-4 はメソッド条件の初期化を行った後、GC からのレディー入力”Ready In”を待たずに、直ちに平衡化に入ります。(図 3.8)

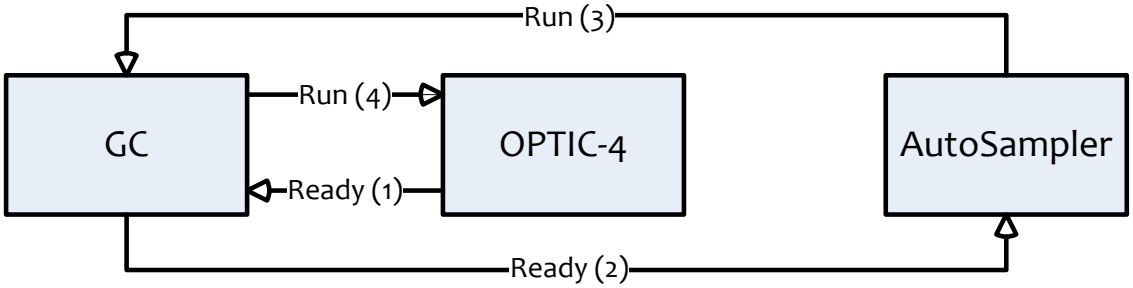


図 3.8 OPTIC-4 が” Slave”(従)のときの状態説明

平衡化が終了すると、OPTIC-4 はレディー出力 “Ready Out” (1)を GC に出力します。試料が注入されると、OPTIC-4 はスタート信号”Run In” (4)を GC から受け取り、メソッドの実行を開始します。

4. 装置の据付

この章は、取り付けキットに付属している説明書と一緒に、注意深くお読みください。該当する取り付けキットが無い装置に OPTIC-4 を取り付ける場合は、特に気をつけて以下の説明をお読みください。また、何かご質問などがありましたら、最寄りの営業所までお問い合わせください。

ご使用の GC に OPTIC-4 の取り付けは、以下の手順で行います。

- ガスクロマトグラフのオーブン部に注入口の取り付け
- 注入口とガス制御部の接続
- 電気関係の接続
- 適切なライナーおよびカラムの取り付け
- クライオトラップの取り付け (OPTIC-4SC と OPTIC-4DC タイプの場合)

警 告!

取り付けが完了するまでは、OPTIC-4 と GC の両方共、電源コンセントに電源ケーブルを接続しないでください。

4.1 注入口の取り付け

OPTIC-4 の性能を最大に発揮するため、OPTIC-4 の注入口はガスクロマトグラフに既存している注入口加熱ブロックではなく、オーブンの断熱区域内に直接設置してください。このように注入口を取り付ければ、初期温度まで素早く冷却できます。

4.1.1 取り付け場所

OPTIC-4 をマニュアル注入だけで使用する場合は、注入口および検出器ブロックなどに接触しない場所であれば、オーブン上のどこに取り付けても構いません。最も便利な取り付け場所は、カラムオーブンの内壁にあけられている穴と合う位置です。もしも OPTIC-4 を既存のオートサンプラーと組み合わせて使用する場合は、取り付け場所の決定に注意が必要です。多くの場合、既存の注入口ブロックを取り外して、位置を変更する必要が生じます。OPTIC-4 の注入口が正しい位置に設置されて、セプタムキャップの位置が、標準注入口と一致していることを確認してください。

常に安定した動作を得るために、OPTIC-4 の注入口本体のベースプレートが、GC の本体を経由してアースに接続されるか、機種によっては、据付キットに付属されるアースケーブルを使用して、確実にアースに接続されることを確認してください。

注意してください！

注入口ブロックを取り外す場合、注入口ヒーターと温度センサーの取り外しも必要になります。GC によっては、センサーが無いことを故障と判断する場合があります。その場合、センサーの位置に抵抗を取り付け（詳しくは取り付けキットの説明書参照）、GC の注入口制御機能を常に無効（off）にしてください。

4.1.2 取り付け

1. OPTIC-4 注入口の取り付け場所を決めて、必要ならば既存の注入口を取り外すか、あるいは移動します。

2. 島津 GC2010、アジレント 7890/6890 には、そのまま直接注入口を取り付けることができます。それ以外の GC の場合は、据付キットに含まれている専用の取り付け板を用いて、注入口を取り付けます。

3. コイル状に巻いてあるキャリヤガスライン、セプタムパージライン、スプリットラインを伸ばして、所定の配管ルートに沿って取り付けます。注入口温度センサーラインについても、同様に行ってください。

4. カラムオーブンの中から、注入口の周囲に断熱用のグラスウールをきつく詰め込みます。これは、オーブンから熱気が漏れて OPTIC-4 の注入口に当たらないようにするためです。

5. OPTIC-4 制御ユニット背面にあるコネクター“Inlet TC”に、注入口の熱電対温度センサーを接続します。

6. 外付け用溶媒センサーを設置する場合は、スプリットライン上に設置し、背面にあるコネクター“External Solvent Monitor”に接続します。

7. 付属されている GC オーブン用熱電対温度センサーは、なるべくオーブン自身の温度センサーに近接した場所に設置し、背面にあるコネクター“GC TC”に接続します。

8. OPTIC-4SC と OPTIC4-DC は、4.6 項の「OPTIC-4 クライオトラップの取り付け」にしたがって据付を行います。

9. OPTIC-4 と GC、オートサンプラーとの接続は、この章の 1.3 項と据付キットに添付されているガイドを参照してください。

4.1.3 ガス配管

OPTIC-4 の全ての配管継ぎ手は、Swagelok 社製の 1/8 インチ用です。注入口の 1/16 インチ配管は、専用の O-リングと取付フランジでメイン制御チャンネルに接続します。

標準の OPTIC-4S の背面には、以下に示すガス配管用のポートがあります。

- Carrier Gas In (キャリヤガス入口 : 供給ラインとの接続)
- Inlet Gas Lines (注入口へいく 3 本のライン)
- Split（スプリット）
- Exhaust（排出口）
- SP (Septum Purge) Exhaust（セプタムパージ排出口）
- Cooling Air In （冷却用空気入口）
- Cooling Air Out （冷却用空気出口）

OPTIC4-D には、以下の追加ポートがあります。

- Auxiliary Gas In（追加ガス入口）
- Auxiliary Gas Out（追加ガス出口）

4.1.4 キャリヤガス配管

OPTIC-4 では、 以下の仕様で記載されている純度以上のキャリヤガスを使用します。必要に応じて、キャリヤガス精製管を設置してください。

キャリヤガスの種類: **ヘリウム、窒素、水素**
供給圧力: **300- 700 kPa まで**
純度: **99.995%以上**

カラム流量と圧力の制御範囲は、供給圧力に大きく依存します。仕様に記述されている最大値を得るためには、700 kPa の供給圧力が必要です。

キャリヤガスは調圧器を介したシリンダー、または分析室に付設されているラインから供給します。キャリヤガスは OPTIC-4 制御ユニット背面にある“Carrier In”に接続します。（図 4.1）

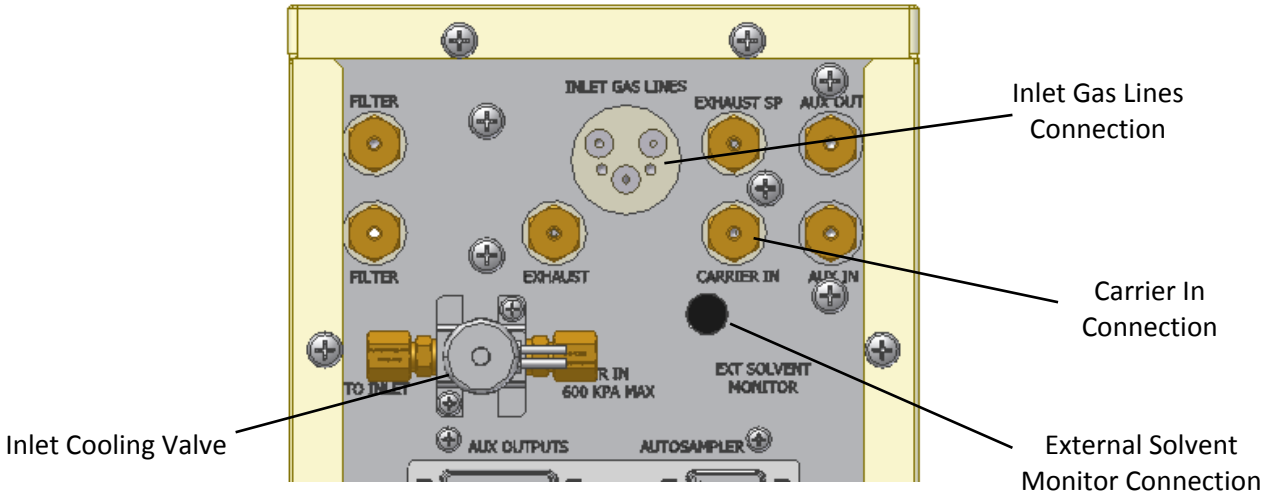


図 4.1 OPTIC-4 制御ユニット背面 ガスラインの接続

4.1.5 注入口ガスラインの接続

OPTIC-4 注入口のキャリヤ、スプリット、セプタムパージラインは、EFC 接続用プレートに取付けられています。この接続方法は簡単で間違えることなく、接続部のガス漏れも心配ありません。まず、“Inlet Gas Lines”（図 4.1）についている出荷時保護用プレートを外して、EFC 接続用プレートを同じネジで取り付けます。取り付ける前に、O-リングが 3 つ確かにあることを確認してください。

4.1.6 外付け用溶媒センサーの接続

OPTIC-4PTV の機種は外付け用溶媒センサーの取り付けが必要です。付属されてくる継手類を使用してスプリットラインに設置する必要があります。溶媒センサーのケーブルは、制御ユニット背面“Ext Solvent Monitor”（図 4.1）に接続します。

4.1.7 排出口、セプタムパージガス排出口

“Exhaust” と **“SP Exhaust”** 排出口からは、常にキャリヤガスと注入時の試料の一部が排出されています。したがって、**“Exhaust”** と **“SP Exhaust”** 排出口がキャップなどで閉じられているようなことがないように確認してください。また、配管を設置して系外に排出するときは、その配管が抵抗にならないよう注意してください。

4.1.8 注入口冷却のための配管

OPTIC-4 注入口を冷却する方法は幾つかあります。標準は圧縮空気を用います。必要に応じて、室温以下の冷却を求める場合、オプションとして液化炭酸ガスを使用すると-50°C、液体窒素を用いると-180°C まで冷却が可能です。

標準の圧縮空気を用いて、優れた冷却能力を得るための最適な供給圧力は、500kPa です。これ以下の圧力でも使用できますが、その場合冷却速度は遅くなります。

冷却の目的ですので、高純度の空気は必要としませんが、水分、油分の除去を行ってフィルターを通した空気をご使用ください。

1. 冷却空気の供給元からの配管を、OPTIC-4 の制御ユニット背面にある電磁弁ポート”**Air In**”（図 4.1）に接続します。

2. OPTIC-4 の制御ユニット背面にある電磁弁ポート**“To Inlet”**に PTFE チューブを接続して、注入口の噴き出し配管（図 4.2）に接続します。

液化炭酸ガスまたは液体窒素を用いた冷却オプションは、キットに添付されている据付ガイドを参照して、接続を行ってください。

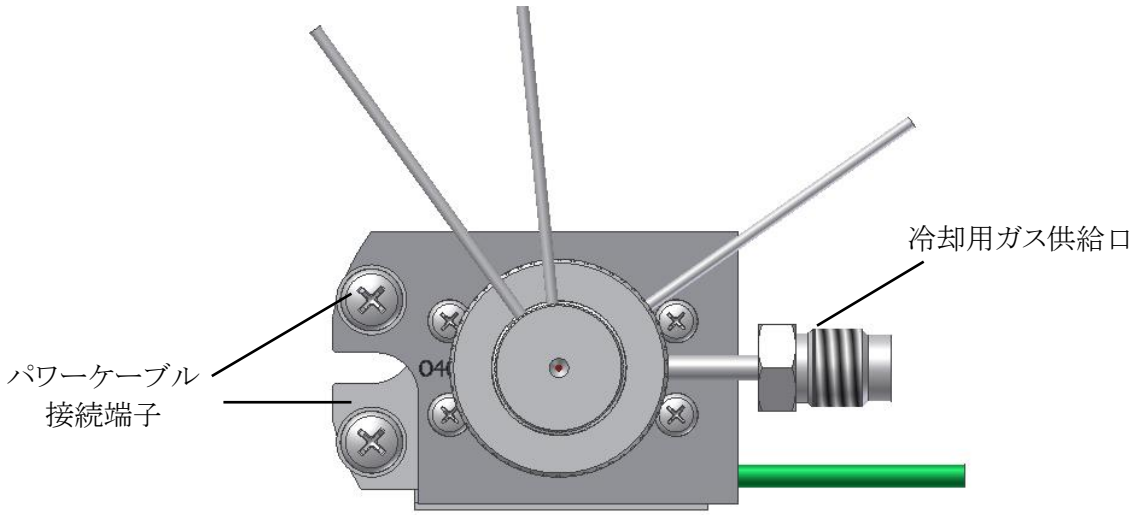


図 4.2 OPTIC-4 注入口　上からみた図

4.2 電気系の接続

4.2.1 注入口パワーケーブルの接続

1. 注入口パワーケーブルを注入口の端子（図 4.2）に接続します。付属の平ワッシャーを用いて、しっかり締めこみます。

注意してください！

パワーケーブルと端子間の接触はとても重要です。締め込み不足が原因で接触が十分でない場合、仕様通りの性能が発揮できないばかりか、端子部が異常加熱になる場合があります。

2. OPTIC-4PTV の機種は外付け用溶媒センサーの取り付けが必要です。溶媒センサーのケーブルは、制御ユニット背面**“Ext Solvent Monitor”**に接続します。

3. 制御ユニットの背面にあるコネクター**“Inlet TC”**に、注入口の熱電対温度センサーを接続します。

4. 付属されている GC オーブン用熱電対温度センサーは、なるべくオーブン自身の温度センサーに近接した場所に設置し、制御ユニットの背面にあるコネクター**“GC TC”**に接続します。

注意してください！

GC オーブン用熱電対温度センサーと、注入口用熱電対温度センサーとを間違って接続しないように、十分注意してください。

4.3 外部機器とのやり取り

OPTIC-4 は、GC、オートサンプラー、ポンプなどその他の機器と適切な信号のやり取りが行えるようになっています。接続は背面にある D 型コネクターと mini-DIN 型コネクターを介して行います。これらコネクターのピン番号とその詳細については、補足資料 B「背面のコネクター関係」に説明しています。同時に、OPTIC-4 を GC やオートサンプラーへの接続方法や設定方法は、購入時の据付キットに付属されている説明書に記述されています。

4.4 ホスト PC への接続

OPTIC-4 は、Evolution Workstation が 動作する PC に接続されます。このソフトウエアは、システムの構成設定と制御を行い、分析メソッドを作成します。作成された分析メソッドは PC から直接実行されます。通信は、USB 通信または LAN 通信のどちらかを選択することができます。OPTIC-4 は自動的に、PC 間と USB 通信なのか LAN 通信なのかを判断します。ハブターミナルを介して LAN 通信を行うときは、標準の LAN ケーブルを使用します。PC 間と直接 LAN 通信を行う場合は、クロスリンクタイプの LAN ケーブルが必要です。OPTIC-4 制御ユニット側の通信設定と Evolution Workstation 側

の通信設定が一致していることが必要です。通信設定に関しては、第 5 章「ソフトウエアのインストールと設定」を参照してください。

4.5 ライナーおよびカラムの取り付け

次は、カラムを取り付けて、OPTIC-4 を使用するアプリケーションにしたがって、適切なライナーを取り付けます。

4.5.1 ライナーの取り付け

出荷時は、ライナーは注入口内に装備されていません。以下の手順に従って、ライナーの取り付け作業、または交換作業を行なってください。

1. 注入口が 40°C 程度に冷却するまで待ちます。

2. 制御ユニットの電源を OFF にします。

3. 注入口本体と、ヘッド部を固定している大きなナットを緩め、ヘッド部を本体から外します。本操作を行なっている間、各ガスラインに負荷を与えないように注意してください。溶接部分にダメージを与えることがあります。またライナー交換時など、すでに注入口内にライナーが取り付けられているとき、ライナーに損傷を与えないように注意してください。

5. 中に入っている O リング付きライナーを上に引き上げます。

6. 新しい O リング付きライナーを挿入します。

7. ヘッド部を取り付けて、ナットを手締めで固定します。このとき、スパナやレンチなどの工具を使用して締めないでください。

8. OPTIC-4 の電源を投入します。

4.5.2 カラムの取り付け

1. 使用するカラムを適合したフェラルを用いて、カラム取付治具に取り付けます。カラムにナットとフェラルを通します（図 4.3）。**フェラルはテーパーになっている方がナット内側になるように注意してください。** ベスペル製のフェラルは、ガス漏れを発生しやすいので、その取り扱いには十分注意してください。

2. 次に、カラム取り付け治具にカラム先端を通します。約 10 ㎜程度（後でカットしやすい長さ）飛び出た状態で、ナットを手締めで締めます。もしカラムが簡単に動いてしまう場合は、付属されているカラムナット用レンチを用いて動かない程度まで締め込みます。先端部分をオンカラム用ライナー以外のライナーを使用する場合は、カラム取り付け治具から飛び出ているカラムの先端部分をカットします。

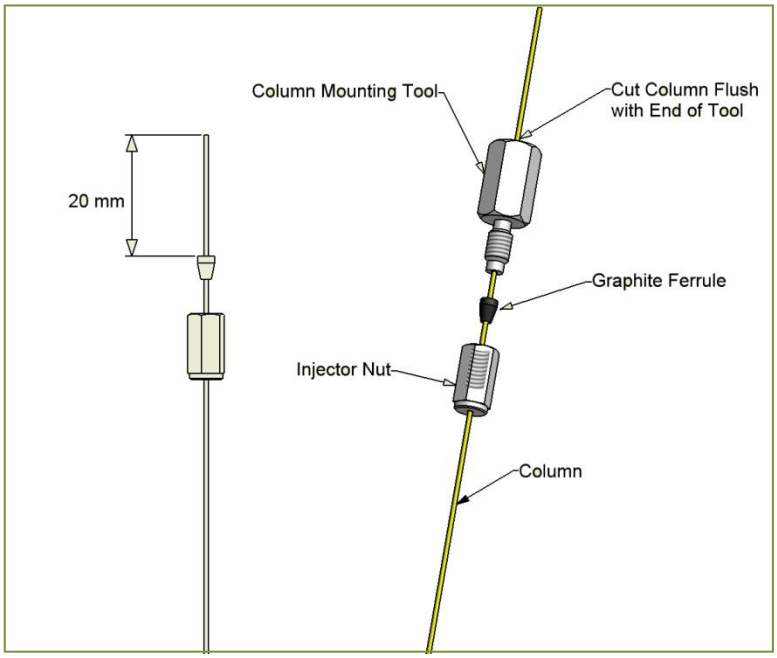


図 4.3 カラムの取り付け

3. カラム取り付け冶具からカラムを外して、注入口のカラム取り付け口に挿入し、ナットを手締めでしっかり締め込みます。そして付属されているカラムナット用レンチを用いて半回転ほど締め込みます。

4. オンカラム用ライナーの場合は、カラム取り付け冶具を必要としません。カラムの先端をオンカラムライナーの絞りに押しつけてフィットさせ、そのまま、オンカラムライナーを注入口内部に挿入します。そして、付属されているカラムナット用レンチを用いてナットを締め付けます。

注意してください！

カラム接続ナットを余りきつく締めすぎないように、注意してください。注入口のカラム取り付け口は、非常に細いため破損しやすいです。

5. 取り付けが完了したら、全ての接続部分のガス漏れ検査を行ってください。ガス漏れ検査にはリークディテクター（例 G300001:LD229）を使用してください。

注意してください！

石鹸水や類似のものは、決して使用しないでください。注入口内部やカラム内を汚染してしまう場合があります。

4.6 クライオトラップの取り付け

このセクションは、クライオトラップの付属品に含まれる取り付けキットの付帯事項と共に、注意深く読んでください。もし、ご使用する機器にクライオトラップの取り付けキットが適合しない場合、そのままの状態で使用することは避けてください。取り付け作業は、関連する安全規則および低温流体操作の熟練者によって遂行されることをお奨めします。

据付作業は以下の手順に従って行ないます。

1. クライオトラップ制御ボードの取り付け
2. GC オーブン内にクライオトラップの取り付け
3. クライオトラップの冷却用ガスラインの接続
4. 電気関係の配線接続

4.6.1 クライオトラップ制御ボードの取り付け

通常、OPTIC4-SC または OPTIC4-DC は、出荷時にクライオトラップ制御ボードが組み込まれています。もし、クライオトラップを OPTIC-4S または OPTIC-4D に後付けする場合は、 クライオトラップの取り付けキットに添付される説明書に従って作業を行なってください。もし何か疑問点があった場合は、最寄りの営業所までお問い合わせください。

4.6.2 GC オーブン内にクライオトラップの取り付け

警 告！

据付が完了するまで、OPTIC-4 と GC の電源ラインは、供給元から外してください。

通常トラップは、縦方向に注入口の真下に設置します。取り付け金具は付属されています。トラップからの配管、配線を通す穴が必要ですが、他の注入口用の穴または検出器用の穴など既存する穴を利用することが簡便です。もし、適当な穴がない場合、トラップの位置を決定した後、工具を用いて穴を開けなければいけません。十分に注意して作業を行なってください。トラップ部の取り付けは以下の手順で行います。

1. 取り付け位置を決定し、必要であれば他の注入口を外すか移設する。
2. 必要であれば、オーブンの内壁に穴を加工する。
3. 取り付け金具をオーブン内に設置する。
4. トラップの配管、配線を注意しながら、オーブン内の穴から外に通す。
5. トラップを取り付け金具に固定する。このとき、カラムの取り付けスペースが確保されていることに注意する。

詳細については、クライオトラップの取り付けキットに添付されている説明書を参照してください。

4.6.3 カラムの取り付け

カラムの取り付けは、トラップと GC の性能が最大限に引き出せるよう留意して行ないます。

1. カラムの先端をトラップ中央の加熱管内に挿入する。

2. 4.6.2 項の説明に従って、カラムの取り付け作業を行ってください。

注意してください！

カラム接続ナットを余りきつく締めすぎないように、注意してください。注入口のカラム取り付け口は、非常に細いため破損しやすいです。

3. 取り付けが完了したら、全ての接続部分のガス漏れ検査を行ってください。ガス漏れ検査にはリークディテクター（例 G300001：LD229）を使用してください。石鹸水や類似のものは、決して使用しないでください。注入口内部やカラムを汚染してしまう場合があります。

4.6.4 トラップ位置の調整

トラップの位置は、性能を最大限引き出すために調整します。通常、注入口の中心とトラップの中心が一致するように調整します。

注意してください！

トラップ位置を調整するときは、カラムに損傷を与えないよう十分に注意して行ってください。

1. 注入口の中心とトラップの中心が一致するように、取り付け金具を調整します。

2. 注入口のカラム取り付けナットから約 5 から 10mm 下に、トラップ上部が来るよう位置を調節します。

3. カラムオーブン内は昇温時に高温となりますので、冷却用配管や電気関係の配線を通す穴から熱気が漏れないよう、断熱材を用いてシールしてください。

4.6.5 冷却用ガス配管の接続

OPTIC-4 のクライオトラップは、液化炭酸ガスまたは液体窒素を直接供給して冷却します。（液化炭酸ガスまたは液体窒素は、別途ご用意ください。）液化炭酸ガスはサイホン管入りボンベから、液体窒素は内部が 150 から 200 kPa に加圧できる専用ベッセルから供給します。

図 4.4 に OPTIC-4 クライオトラップ冷却ガスの配管図を示します。以下に示す手順に従って配管接続を行います。

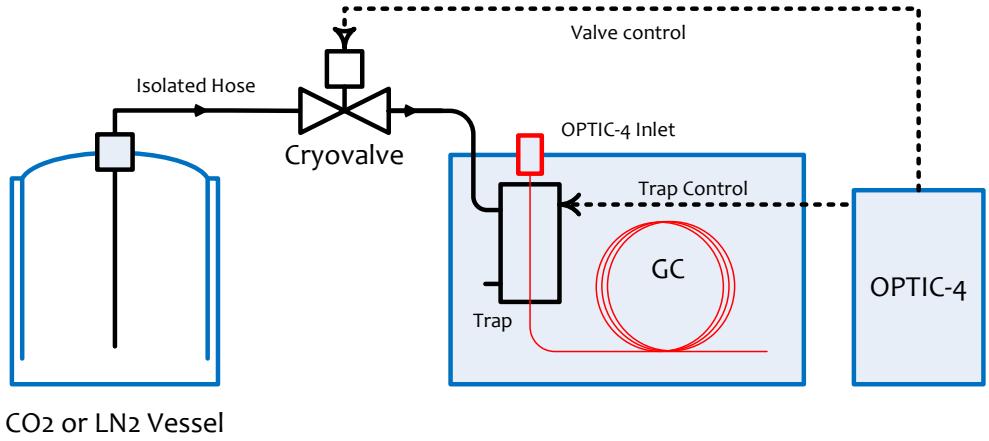


図 4.4 OPTIC-4 クライオトラップの冷却ガス配管図

1. 断熱チューブの片側を液化炭酸ボンベまたは液体窒素ベッセルの取り出し口に接続し、もう片方を冷却制御バルブに接続します。冷却スピードに大きく影響しますので、できるだけ配管長さを短くすることが重要です。

2. バルブの 1/8 インチ継手にクライオトラップを接続します。

4.6.6 クライオトラップの電気関係接続

警告します！

電気関係の接続が完了するまで、OPTIC-4 制御ユニットの電源ケーブルを主電源に接続しないでください。

1. 付属のパワー供給用ケーブルと温度測定センサー延長ケーブルを用いて、クライオトラップと OPTIC-4 制御ユニット間を接続します。

2. 付属の冷却制御バルブ用延長ケーブルを用いて、バルブと OPTIC-4 制御ユニット間を接続します。

5. ソフトウエアのインストールと設定

5.1 はじめに

Evolution Workstation（本取扱説明書中では"ソフトウエア"）は、OPTIC-4 インジェクションシステムの一構成部分となります。このソフトウエアは、以下に示す基本的な機能があります。

- システムの設定や制御を行う
- メソッドやシーケンスの作成と編集
- 各種実行パラメータの表示

さらに Evolution Workstation には、パラメータの最適化を行える最適化シーケンス、スタンバイ時に装置のダイレクトコントロール、システムのログファイル記録が可能です。また、ソフトエアにはオンラインヘルプ機能があります。

5.2 必要な PC 環境

コントロールソフトウエア Evolution Workstation は、以下に示す PC 仕様を必要とします。

- MS Windows XP, Vista or Windows 7
- 512 MB 以上の RAM
- ハードディスクに 20 MB 以上の空きがあること
- OPTIC-4 と通信するための USB または LAN ポート有すること

5.3 Evolution Workstation のインストール方法

以下の手順に従って Evolution Workstation ソフトウエアをインストールします。

- CD-ROM ドライバーに、付属されている CD-ROM を挿入します。
- エクスプローラで、CD-ROM ドライブを選びます。
- "setup.exe"をダブルクリックします。
- インストールウイザードの案内にしたがって操作を行います。希望するインストール先に、 本ソフトウエアをインストールすることができます。本ソフトウエアは、ネットワーク上のドライブにインストールすることはできません。

C ドライブのプログラムディレクトリー内の"ATAS"にインストールされます。このディレクトリー内に、method (*.mth) と sequence (*.seq)の 2 つのサブディレクトリーが自動的に作られます。これらのサブディレクトリーは固定されていますので、他の場所に移動することはできません。

参考にしてください！

Evolution Workstation をアンインストールまたは最新バージョンに更新した場合、サブディレクトリー（"Methods","Sequences"）とその中身はそのまま残ります。

5.4 通信パラメータの設定

PC ソフトウエアをインストール後に、通信が可能になるように適切な設定を行う必要があります。USB 通信または LAN 通信のどちらかを使用することができます。

OPTIC-4 は自動的に、PC 間と USB 通信なのか LAN 通信なのかを判断します。制御ユニット内の通信パラメータ(USB シリアルポート No.または IP アドレス)と Evolution Workstation 内の通信パラメータとが一致して、通信は確立されます。多くの場合、USB 通信が一般的に使用されます。

5.4.1 USB 通信

付属のUSBケーブルで、OPTIC-4制御ユニットとPC間を接続します。最初に接続すると、Windowsは「新しいハードウエア」を認識し、USBドライバーをインストールするウイザードが立ち上がります。

1. 「**新しいハードウエアの検索ウイザードの開始**」ダイアログで、「**いいえ、今回は接続しません**」を選択し、「**次へ**」をクリックします。

2. 「**一覧または特定の場所からインストールする**」を選択して「**次へ**」をクリックします。(図5.1).

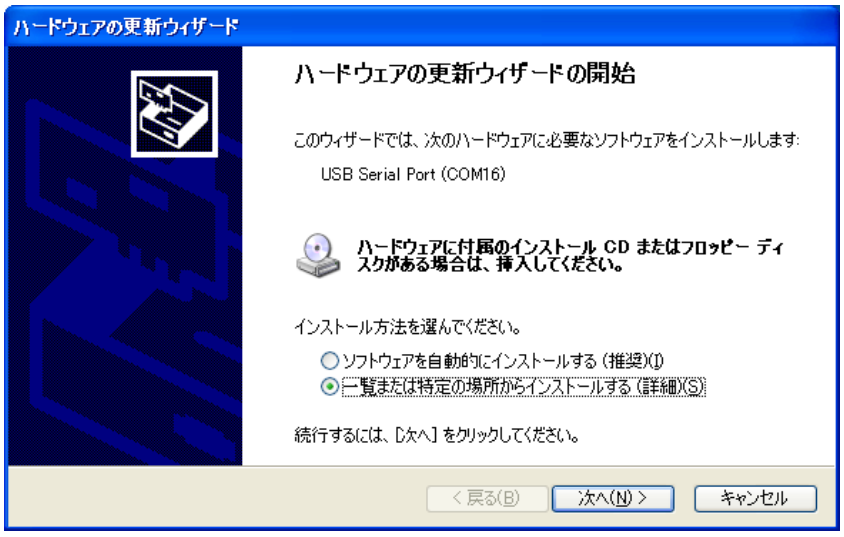


図 5.1 Windows XP ハードウエアの更新ウイザードのデバイスマネージャー

3. Evolution Workstation CD が入っているドライブ先から “USB Serial Drivers”を指定して選択して「**次へ**」をクリックします。ドライバーがインストールされ、「**完了**」 をクリックして次に進みます。

4. Windows は再び、USB シリアル通信に必要なドライバーのインストールを促すウイザードが同様に立ち上がります。「**新しいハードウエアの検索ウイザードの開始**」ダイアログで、「**いいえ、今回は接続しません**」を選択し、「**次へ**」をクリックします。そして「**一覧または特定の場所からインストールする**」を選択して「**次へ**」をクリックします。

5. Evolution Workstation CD が入っているドライブ先から “USB Serial Drivers”を指定して選択して「次へ」をクリックします。ドライバーがインストールされ、「完了」 をクリックして次に進みます。

6. デバイスマネージャー(コントロールパネル - システム - ハードウエア)で、OPTIC-4 と通信するために予約されている USB ポート番号(COM 番号)を確認します(図 5.2)。このポート番号は後で必要になります。

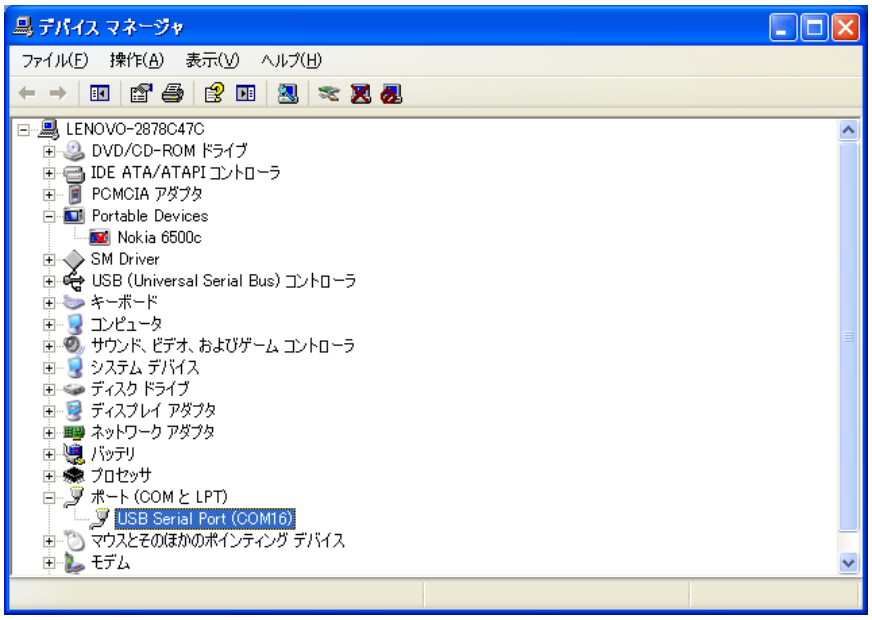


図 5.2 Windows XP のデバイスマネージャー

7. Evolution Workstation を起動し、**Configuration** メニューから **External Communication**(図 5.3)を選択します。‘USB Serial Port’を選び、6 項で確認した USB ポート番号を選択して、OK ボタンをクリックします。以上の操作で、Evolution Workstation は OPTIC-4 制御ユニットとの通信が確立します。

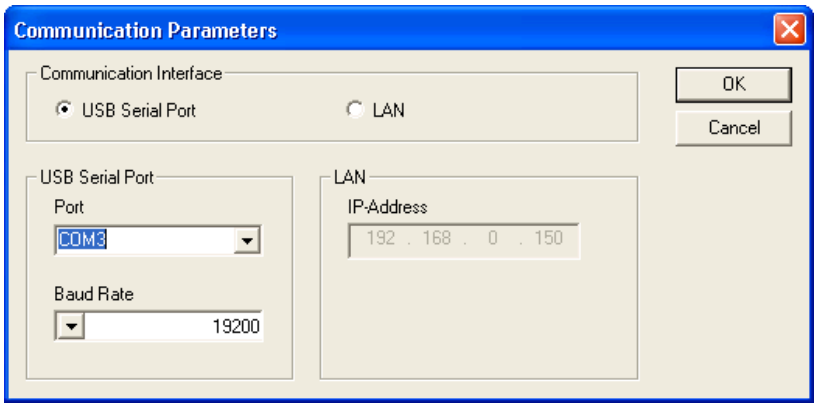


図 5.3

5.4.2 LAN 通信

OPTIC-4 の IP アドレスは、出荷時に”192.168.0.150”に設定されています。このアドレスは直接 PC 間と LAN 通信を行う場合のみ使用することができます。この場合、ケーブルはクロスリンクタイプのケーブルが必要です。Windows のネットワーク設定で、サブネットマスクは”255.255.255.0”、プロキシサーバーは無効に設定します。

ハブターミナルを介して LAN 通信を行うときは、IP アドレスを変更しなければいけません。4 つのブロックから構成されている IP アドレスで、最初の 3 つはご使用になっているローカルエリアネットワークのアドレスと一致していないといけません。サブネットマスクは”255.255.255.0”に設定します。

IP アドレスの変更方法は、

1. 5.4.1 項に従って、まず OPTIC-4 制御ユニットと PC 間を USB 通信で接続します。

2. Evolution Workstation を起動して、**Configuration** メニューから **System Communication** を選択します。

3. 新しい IP アドレスを入力して (図 5.4)、‘OK’ ボタンをクリックします。新しい IP アドレスが OPTIC-4 制御ユニットに転送され、自動的に再起動します。再起動から立ち上がるまでの約 15 秒間、このダイアログが残っています。

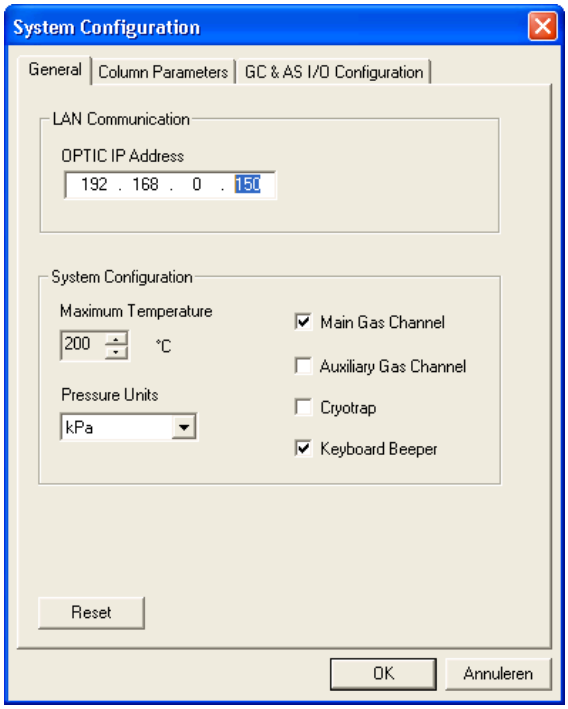


図 5.4

4. OPTIC-4 が再起動から立ち上がるのを待ち、USB ケーブルを外して、LAN ケーブルを接続します。

5. Evolution Workstation の **Configuration** メニューから **External Communication** を選択します。‘LAN’を選択して(図 5.3) ‘OK’ボタンをクリックします。以上の操作で Evolution Workstation は OPTIC-4 制御ユニットと LAN 通信を確立します。

5.5 General Configuration Parameters（一般構成パラメータ）

Evolution Workstation の操作にあたり、まず画面上のメニューバーにある **Configuration** の内容を本マニュアルと照らし合わせながら、一通り確認されることをお奨めします。

5.6 Standby Parameters（スタンバイパラメータ）

Configuration メニューから **Standby Parameters** の **General** タブ（図 5.5）で、装置のスタンバイ時における状態を設定します。注入口温度、カラム流量、スプリット流量、Standby Timeout（スタンバイタイムアウト）*などの設定ができます。補足資料 A の「OPTIC-4 のパラメータ初期値」に、全てのスタンバイパラメータが記載されています。

**Standby Timeout :OPTIC-4 のメソッドが実行されて、外部機器のレディー待ちまたは起動待ちの状態のとき、ここで設定された時間を超えるとスタンバイモードに戻ります。"0:0 m:s" に設定すると、手動操作でスタンバイモードに戻す必要があります。*

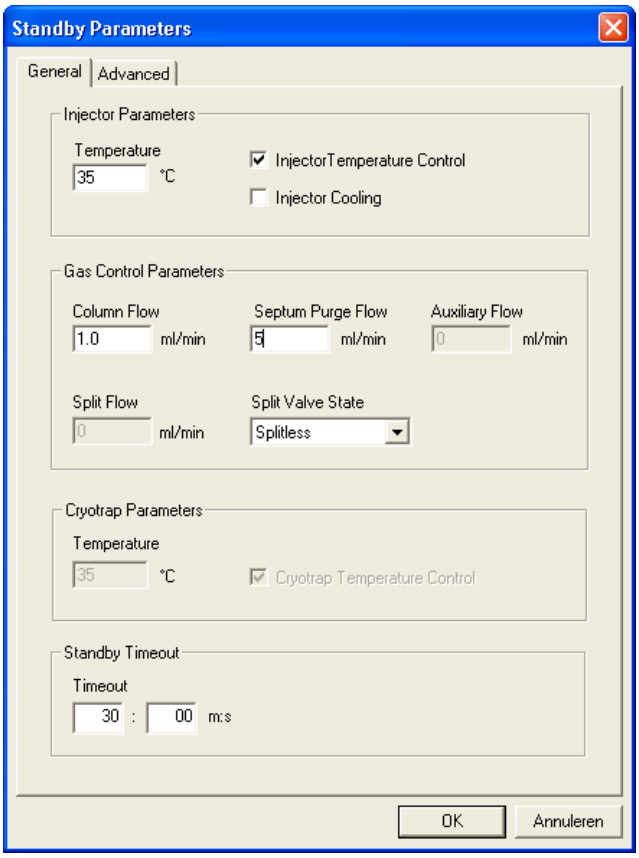


図 5.5

5.7 System Configuration Parameters（システム構成パラメータ）

Configuration メニューから **System Configuration** の **General** タブ（図 5.6）で、装置の構成を設定します。IP アドレス、最高注入口温度、圧力単位などの設定ができます。補足資料 A の「OPTIC-4 のパラメータ初期値」に、全てのシステム構成パラメータが記載されています。

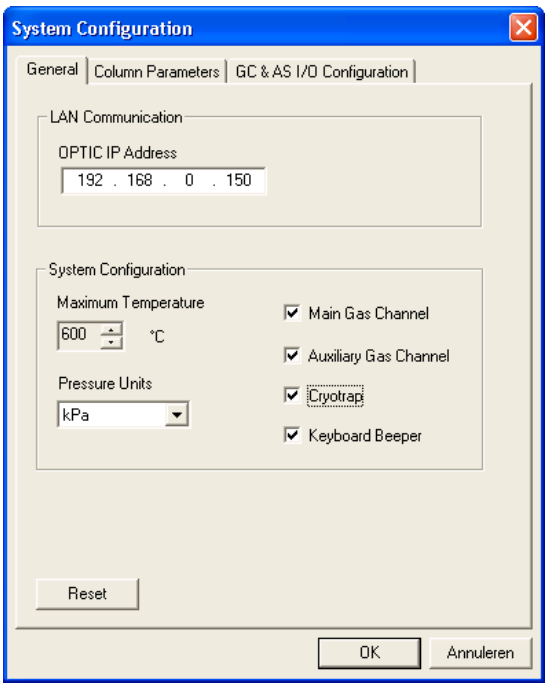


図 5.6

5.8 Auxiliary Outputs（外部出力）

Configuration メニューから **Auxiliary Outputs**（図 5.7）で、メソッド内で使用したい外部出力のチェックボックスを有効にします。そして、適当な名前を入力することで、メソッド画面にこの外部出力に割り当てられた名前が表示されるようになり、時間による制御の設定が行えます。

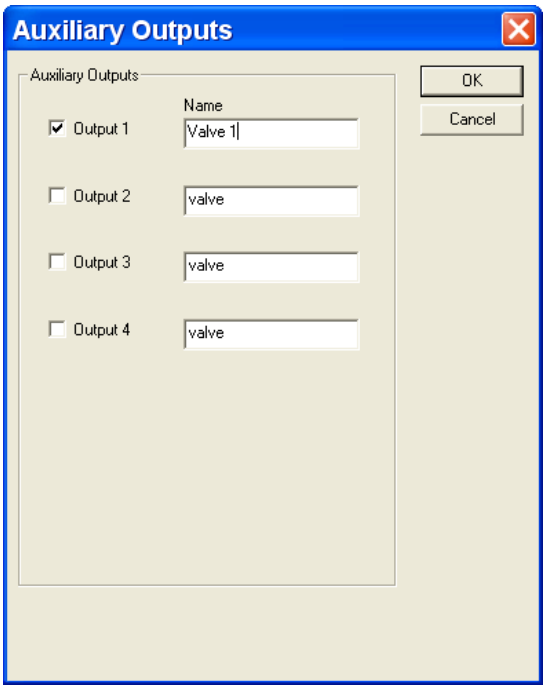


図 5.7

5.9 External Communication（外部通信の設定）

OPTIC-4 の通信方法は、**Configuration** メニューから **External Communication** で行います。（図 5.6）。USB 通信または LAN 通信から選択します。

参考にしてください！

Evolution Workstation の機能や操作の中には、OPTIC-4 制御ユニットと通信が確立していないと使用 できないものがありますので、注意してください。

5.10 Access Control（アクセスコントロール）

アクセスコントロールは、**Configuration/ Access Control** で、分析管理者による本機能の有効か無効の選択、また Evolution にログインするためのパスワードの設定が可能になります。ここでは 2 つのレベル、通常の User（分析者のみ）、Manager（管理者）が選択できます（図 5.7）。

図 5.7

6. 基本操作

6.1 装置パラメータ

スタンバイ時における OPTIC-4 のパラメータは、Evolution Workstation から設定します。その詳細については、5.6 項を参照してください。分析に必要な温度、流量 などのパラメータは、Evolution Workstation でメソッドを作成します。作成されたメソッドは“Methods”ディレクトリーに保存され、後で呼び出して使用することができます。詳細については、第 7 章「メソッドの作成と実行」を参照してください。

6.2 装置の始動と停止

装置を始動する手順は、

1. キャリヤガスの供給元を開けます。このとき、供給圧力が最低 300 kPa あることを確認してください。カラム流量と圧力の制御範囲は、供給圧力に大きく依存します。仕様に記述されている最大値を得るためには、700 kPa の供給圧力が必要です。

2. 分析目的にあったライナーが注入口に挿入されているか確認してください。補足資料 E に、OPTIC-4 のライナーの種類がリストアップされています。

3. GC キャピラリーカラムが注入口に接続されていることを確認してください。カラムの取り付け方法は、4.6.2 項に説明されています。

4. 装置の電源を投入します。**STANDBY** の LED だけが点灯するまで待ちます。

5. PC とモニターの電源を投入します。

6. Evolution Workstation を立ち上げます。アクセスコントロールを設定している場合は、ログイン入力画面が現れます。 Evolution Workstation が起動し、状態表示画面が表示されます（図 6.1）。

7. PC と OPTIC-4 制御ユニット間の通信が確立すると、状態表示画面にスタンバイ時パラメータの設定値と現在の値が表示されます。分析開始のためには、新規メソッドを作成します。その作成方法は、第 7 章「メソッドの作成と実行」を参照してください。

6.3 Evolution Workstation 状態表示画面

Evolution Workstation 状態表示画面の例を図 6.1 に示します。

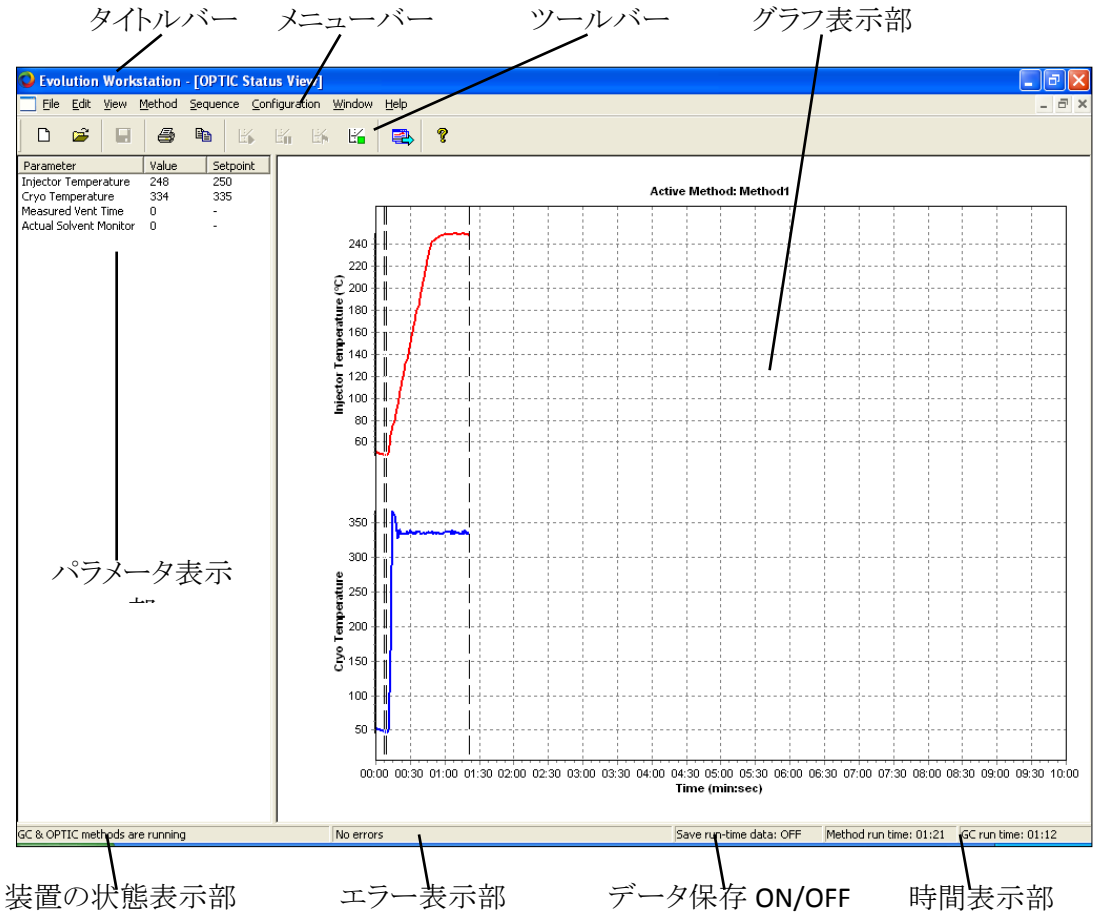


図 6.1 Evolution Workstation 状態表示画面の例

左側のパラメータ表示部には、パラメータの設定値と現在の値が表示されます。右側のグラフ表示部には、メソッドが実行されると左側にあるパラメータについてグラフ表示されます。画面下の状態表示バーには、左から 装置の状態、次に エラー、次にメソッド実行中に温度、流量 などの実測データを保存するかしないかを表す”Save Run-Time Data”、次に OPTIC-4 の経過時間を表す “OPTIC Method Run Time”、そして GC の経過時間を表す”GC Run Time”が表示されます。

装置が実行中の状態は、平滑処理されることなくリアルタイムでグラフに表示されます。しかし、最小分解能分だけノイズのように上下に動くことがあります。この現象は、縦軸のスケールが狭いときに特に目立ちますが、装置の性能上まったく問題がありません。

メソッドの実行中に、それらの情報を Excel で読めるファイル形式で保存することができます。その操作方法は、**Configuration** メニューから、**Save Run-Time Data** を選択します。状態表示バーに、この機能が有効になっているかどうかの案内（ON/OFF）が表示されます。

7. メソッドの作成と実行

7.1 はじめに

OPTIC-4 で使用するメソッドは、接続されている PC で動作する Evolution Workstation 上で作成します。新規に作成されたメソッドまたは保存済みのメソッドを使用することができます。Evolution Workstation のオンラインヘルプに、メソッドの新規作成方法や実行方法について詳しく説明していますので参照してください。

7.2 メソッドの種類

OPTIC-4 では、次の 9 つのメソッドを使うことができます。

1. Split
2. Splitless
3. Hot Split
4. Hot Splitless
5. Large Volume Injection
6. LINEX-TD (Thermal Desorption)
7. LINEX-DMI (Difficult Matrix Introduction)
8. Standard TD (Thermal Desorption)
9. Expert (full control of all parameters)

7.2.1 Split (スプリット) メソッド

OPTIC-4 では、従来のホットスプリット注入"Hot Split"またはコールドスプリット注入"Split"が可能です。多くの場合において、コールドスプリット注入の方が、良い結果が得られます。これは、注入時に注入口の温度を溶媒の沸点より低くし、通常は溶解している最高沸点成分の沸点よりも 50°C 高い温度まで昇温します。この注入法は、以下のような利点があります。

- シリンジニードル内のディスクリミネーション(分別蒸留気化現象)を防ぐことができるので、試料の組成比をそのまま維持して、的確にカラム内に導入することができる。
- 穏やかな加熱によって、熱分解を起こし易い試料に適している(特に遅い昇温速度を用いたときに効果がある)。
- 分析毎の再現性が良い。

7.2.2 Splitless (スプリットレス) メソッド

OPTIC-4 では、従来のホットスプリットレス注入**"Hot Splitless"**またはコールドスプリットレス注入**"Splitless"**が可能です。コールドスプリットレス注入は、多くの場合において、オンカラム注入と同様な良い結果が得られますが、コールドスプリットレス注入は、不揮発性物質がカラムに導入されないなどの、新たな利点があります。そのため、コールドスプリットレス注入は、"汚れた"試料に対して有効であると言えます。

7.2.3 Large Volume Injection（大量注入）メソッド

過去において、一般的な GC への試料注入量は、2µL を超えることはありませんでした。この理由として、よく使われるスプリット/スプリットレス注入口内の容積が約 2mL であり、1µL の溶媒が気化したときの体積が 1mL になることから、2µL の注入量が限界とされてきました。

しかし、温度プログラムが可能な注入口（PTV）ができたことで、溶媒の気化工程を制御することが可能になったことから、溶媒の注入量をさほど気にしなくてもよくなったのです。

OPTIC-4 の大量注入（LVI）は、瞬時に試料を注入できるよう考慮されています。一度の注入で 150µL までの試料を日常的に取り扱うことができ、そして簡単な最適化で実現することができます。他の大量注入の方法として、オートサンプラーを使用しなければいけないスピードコントロール方式がありますが、操作が煩雑であり、日常的に使用することは難しいと思われます。

大量注入では、室温付近の温度に設定された注入口に試料が導入されます。試料内に大量に含まれている溶媒は、キャリヤガスの流れによって気化され、スプリットラインから系外に排出されます。次に、スプリットラインが閉じられ、注入口温度が上昇し、目的成分をカラム内に導入します。この技術によって、簡単なパラメータの最適化を行うことで、広い沸点範囲の成分が対象となります。

このメソッドの大きな特長は、

- 従来のスプリットレス注入と比較して、約 100 倍の感度が得られる。
- 試料の前処理工程の簡略化に大きく貢献できる。
- 固相抽出（SPE）などの試料前処理装置と、オンライン接続が可能なインタフェースとなりえる。

7.2.4 LINEX-TD と LINEX-DMI メソッド（直接加熱脱着法）

OPTIC-4 では、気体・固体試料の直接加熱脱着法（LINEX-TD）、そして液体試料を対象とした LINEX-DMI（Difficult Matrix Introduction）法を使用することができます。気体試料を分析するときは、オフラインで吸着剤を充填した捕集用ライナーに試料を吸着してから、注入口にそのライナーを装着して分析を行うか、オンラインで予め装着している捕集用ライナーに試料を捕集して、そのまま分析する 2 通りの手法が考えられます。

DMI 法は、使い捨てのマイクロバイアルに試料を入れて、それを専用ライナーに装てんし、直接加熱脱着を行うことで目的成分を分析カラムに導入します。この注入法の大きな特長は、大量注入法であること（マイクロバイアルの容量 30 µL）、汚い試料または前処理を行っていない試料そのものを直接加熱脱着で GC、GC/MS に導入することができます。これは温度選択性を利用して、目的成分を分析カラムに導入し、不揮発性成分や沸点の高い夾雑成分はそのままマイクロバイアルに残し、次回の分析には新しいマイクロバイアルを使用します。DMI 法使用時に問題となる溶媒の排出時間の設定も、溶媒センサーを用いることでその排出時間の最適化を簡単に行うことができます。

OPTIC-4 を用いた直接加熱脱着法は、従来法と比較して、捕集部と分析カラムが最短の位置関係にあることから、次に示すような長所があります。

- 活性の強い試料も、その損失をできるだけ小さくして分析カラムに導入することができる。
- 高沸点の試料(ポリマーなど)も、その損失をできるだけ小さくして分析カラムに導入することができる。
- とても短い時間で試料脱着することができるので、迅速な結果を得ることができる。

7.2.5 Expert (エキスパート)メソッド

OPTIC-4 は、上述した標準の 8 つのメソッドが用意されています。このエキスパートメソッドを使用することで、様々な使い方が可能になります。

この Expert メソッドでは、注入口温度に対して最大 9 つの制御点を設定することができます。同時に、温度制御をオフ、そして冷却バルブをオンにし、負の温度勾配を設けることもできます。また、カラム流量、スプリット流量に対しても 9 つの制御点を設定することができます。さらに、4 つの外部出力がどのシーケンスでもタイムコントロールが可能になるように、設定することができます。

追加ガスチャンネルで流量制御を行う場合も、この 機能を使うことが可能です。

このメソッドの色々な特長については、第 9 章の「OPTIC-4 の特長」で紹介されています。

7.3 メソッドの新規作成

新規にメソッドを作成する場合は、メニューの" **File/New**"から"Method"を選択して、"OK"をクリックします。OPTIC-4 で作成することができるメソッドのリストが表示されます(図 7.1)。

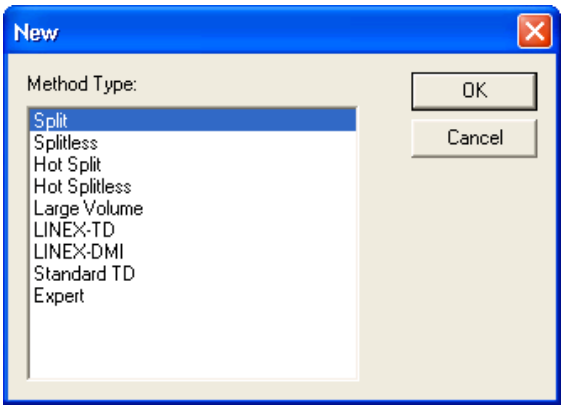


図 7.1

分析にもっとも適したメソッドを選択し、"OK"をクリックします。選択したメソッドのパラメータ設定画面が表示されます(例 図 7.2)。左側は、メソッドパラメータリストになっており、右側がプロフィール画面になっています。

補足資料 D" **メソッドのプロフィール例**"に各メソッドの説明がありますので、参照してください。

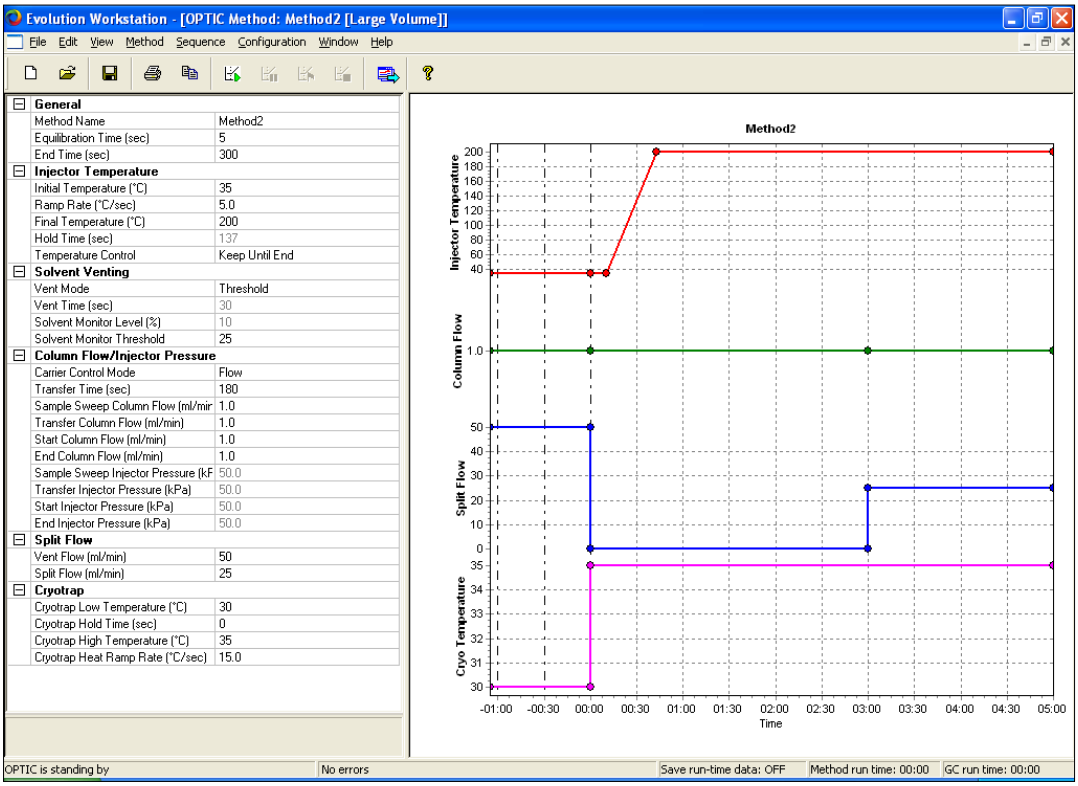


図 7.2 メソッド例　OPTIC-4 LVI

メソッドパラメータを入力し、新規作成が終了したら、メソッドを保存するか、またはメニューから Method->Execute で 初期化動作を直ちに行います。メソッドが実行中に、その編集作業はできますが、それは OPTIC-4 の本体に反映されていませんので、再度 Method->Execute を行う必要があります。

メソッドを保存するとき、11 英数字（半角）で名前をつけることができます。そして、メソッドフィルは、Evolution Workstation ディレクトリー下の”Method”サブディレクトリー内に保存されます。

メソッドパラメータは、パラメータリスト内またはグラフ内で変更することができます。 パラメータの初期値と入力範囲は、上記のメソッドの詳細説明を参照してください。 あるパラメータは、他のパラメータに依存している場合があります。例えば、 **Final Inlet Temperature**（最終温度）は、**Initial Inlet Temperature**（初期温度）より 低い温度の設定はできません。また、 **End Time**（分析終了時間）は、**Transfer Time**（試料導入時間） より短い時間の設定はできません。時間の設定は秒単位で行いますが、グラフ上には、分:秒で表示されます。

グラフ内でパラメータを変更する場合は、ポイントをドラッグすることで可能になります。 しかし、最終段のポイントのように、全てのポイントがドラッグできるわけではなく、しかも 水平または垂直方向だけの移動ができます。ドラッグ中は、パラメータリスト中の値が 更新されます。

参考にしてください！

パラメータ表示リストで、あるパラメータが選ばれているとき、そのパラメータ名の背景色が灰色に なっています。この状態で入力カーソルは出てきませんが、入力が可能な状態です。もし、入力前の元の 数値に戻したい時には、'ESC'キーを押します。

Evolution Workstation には便利なオンラインヘルプ機能があり、本取扱説明書以上に詳細な説明がされています。

7.4 メソッドパラメータ

全てのメソッドパラメータを以下に説明します。新規にメソッドを作成する場合は、パラメーターテーブルは初期値になっています。この初期値については、補足資料 D の「OPTIC 3 の初期値」に記載しています。それぞれのメソッドテーブルには、その機器構成に従って設定可能なパラメータのみ表示されます。

参考にしてください！

ここでは、メソッドパラメータに関する説明だけが記述されています。OPTIC-4 の構成設定パラメータおよびスタンバイパラメータについては、第 5 章「ソフトウエアのインストールと設定」を参照してください。

7.4.1 メソッドパラメータの一般説明

Method Name（メソッド名）
このパラメータはメソッド名を定義します。作成したメソッドを最初に保存するときに 11 キャラクターまでの名前を付けます。名前を入力するまで、Evolution Workstation は、仮の名前（Method 1 など）を使います。

Equilibration Time（平衡到達時間）
平衡到達時間は、OPTIC-4 が**"Ready"**状態になる前に、温度と圧力を十分に安定させるために設定します。

End Time （終了時間）
これは、GC メソッドの実行開始から終了までの時間を設定します。これは注入口が冷却し、また圧力パラメータがリセットされて GC 測定の終了時の値に一致するように、GC 分析の総実行時間を設定します。

7.4.2 温度に関するパラメータ

Initial Temperature（初期温度）
これは、メソッド実行開始時の注入口の温度を設定します。

Ramp Rate （昇温速度）
これは、注入口温度の昇温速度を設定します。

Final Temperature（最終温度）
これは、メソッド実行の終了時点での注入口の温度を設定します。

Hold Time（持続時間）
最終温度を持続する時間を設定します。もし、温度制御を'フローティング'に設定しますと、この時間の後、温度コントロールは中断します。

Temperature Control（温度制御）
このパラメータは、注入口温度を分析終了まで持続するか、または持続時間（ISO Time）後に、温度制御を停止して、自然冷却するのかを選択します。

Solvent Cooling Effect（溶媒冷却効果）
このパラメータは、溶媒による冷却効果を持続するか否かを設定します。詳細については、9.2「溶媒による冷却効果」で説明します。

Cooling Valve Mode（冷却用バルブの設定）
メソッドが実行しているときに、注入口の冷却用バルブの動作を有効にするか無効にするかの設定ができます。No が選択されているときは、注入口は加熱制御だけで温度コントロールされます。通常は、No の状態で使用します。

7.4.3 カラム流量パラメータ

Carrier Control Mode（キャリヤガス制御の種類）
このパラメータは、分析カラムに流れるキャリヤガスの制御の種類を選択します。"Pressure （圧力）"を選択すると、注入口内圧力を制御します。"Flow（流量）"を選択すると、カラムパラメータにしたがってカラム内流量を計算し制御します。

Transfer Time（移送時間）
このパラメータは、メソッドが実行してから、移送時カラム流量を維持する時間を設定します。

Transfer Column Flow/Inlet Pressure（移送時カラム流量/圧力）
このパラメータは、メソッドの実行時に、試料を注入口からカラムに送るためのカラム流量/圧力を設定します。（流量が多いほど（圧力が高いほど）、移送が速くなります）。

Start Column Flow/Inlet Pressure（初期カラム流量/圧力）
このパラメータは、移送時間終了後のカラム流量/圧力を設定します。これは分析開始時のカラム流量/圧力となります。

End Column Flow/Inlet Pressure（最終カラム流量/圧力）
このパラメータは、メソッド終了時のカラム流量/圧力を設定します。

Sample Sweep Column Flow/Inlet Pressure（試料掃引カラム流量/圧力）
このパラメータは、LINEX-TD/DMI または LVI メソッドにおいて、注入口から空気を排出するために、試料が脱着する前にキャリヤガスで掃引する時の、カラム流量/圧力を設定します。

Desorption Column Flow/Inlet Pressure (脱着時カラム流量/圧力)
このパラメータは、LINEX-TD/DMI メソッドにおいて、試料の脱着中のカラム流量/圧力を設定します。

Desorption Time (脱着時間)
このパラメータは、注入口の加熱を開始してから、脱着時のカラム流量を維持する時間を設定します。

7.4.4 溶媒排出のパラメータ

Vent Mode (ベントモード)
このパラメータは、溶媒除去が手動設定(Fixed Time)、または溶媒センサーによる自動設定(SM Threshold か SMLevel)のどちらかを設定します。絶対値の設定(SM Threshold)で入力できるレベル値の範囲は、0 から 4095 です。相対値の設定(SMLevel)で、入力できるレベル値の範囲は、1 から 90%です。詳細については、9.1 項の"溶媒排出と溶媒モニター"を参照してください。

Vent Time (ベント時間)
このパラメータは、ベントモードが手動設定のときに、溶媒排出の時間を設定します。

Solvent Monitor Threshold (溶媒モニター絶対レベル値)
このパラメータは、ベントモードが絶対値設定のときに、溶媒排出を終了するレベル値を設定します。

Solvent Monitor Level (溶媒モニター相対レベル値)
このパラメータは、ベントモードが相対値設定のときに、溶媒排出を終了するレベル値(%)を設定します。

7.4.5 スプリット流量パラメータ

Vent Flow (ベント流量)
このパラメータは、溶媒排出時のスプリット流量を設定します。

Split Flow (スプリット流量)
このパラメータは、試料がカラムに移送するときのスプリット流量を設定します。キャリヤガスを節約する際は、低い流量を設定します。

7.4.6 外部出力

どの外部出力も、全ての OPTIC-4 のメソッド内で使用することができ、9 段階の時間によるシーケンスを組むことが可能です。
使用できるようにするためには、Evolution Workstation で **Configuration - System configuration - Auxiliary Outputs** を選択します。そして、Auxiliary Outputs ダイアログで、希望とする外部出力のチェックボックスを有効にします。そして、適当な名前を入力することで、メソッド画面にこの外部出力に割り当てられた名前が表示されるようになり、時間による制御の設定が行えます。

7.4.7 Expert（エキスパート）メソッドのパラメータ

この Expert メソッドでは、全てのパラメータに対して最大 9 つの制御点を設定することができます。より高度な温度および流量制御を可能にします。

参考にしてください！

Expert 上の全てのパラメータは 9 つまでの制御点を持つことができます。制御点を追加するためには、グラフの軌跡上でマウスの右ボタンをクリックし、"Add Step"を選択することで追加することができます。また制御点を削除するには、"Remove Step"を選択することで削除することができます。

このメソッドに関連したパラメータは、他のメソッドと同様に、グループに分けられています。それは、

Inlet Temperature group（注入口温度）:

- Initial Inlet Temperature
- Delay Time（注入後の圧力変動が正常な状態に戻るまでの時間を設定することができます）
- Ramp Rate 1 - 9
- Hold Temperature 1 - 9
- Hold Time 1 – 9

注入口温度に対して正と負の温度勾配を設けることができます。（9.4「Expert メソッドでの負の温度勾配」を参照してください）

Column Flow group（カラム流量）:

- Carrier Control Mode: Flow or Pressure
- Start Column Flow 1 - 9
- Column Flow Time 1 - 9
- End Column Flow 1 – 9;

Split Flow group（スプリット流量）:

- Initial Split Flow
- Split Flow 1 - 9
- Split Flow Time 1 – 9.

Auxiliary Flow group（追加ガス流量）:

- Start Auxiliary Flow 1-9
- Auxiliary Gas Control Time 1-9
- End Auxiliary Flow/Pressure 1-9

外部出力も、Expert メソッド内で、9 点の時間シーケンスを組むことができます。

7.5 メソッドの実行

図 7.1 のフロー図は、OPTIC-4 がどのような流れでメソッドを実行するのかを示しています。

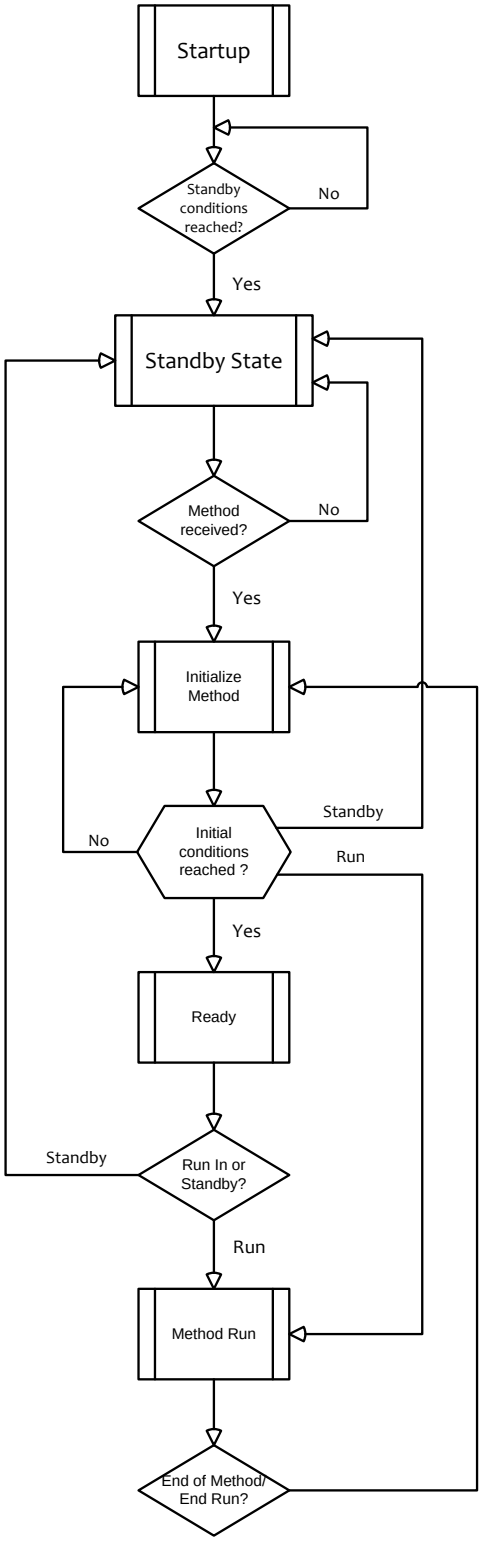


図 7.1 OPTIC-4 メソッド実行のフロー図

新規にメソッドを作成するときは、**File - New - Method** - **[method type]**によって希望とするメソッドの種類を選択します。初期値が入力されていますが、分析に応じた設定値を入力し、11 キャラクターまでの名前を付けて保存します。

7.5.1 Evolution Workstation からメソッドの実行

保存されたメソッドを **Method - Execute** を実行して OPTIC-4 本体に送信します。そして、そのメソッドが実行します。もし、マニュアル注入をするときには、OPTIC-4 が **Waiting for Run In** になるまで待ってから注入します。そして注入と同時に **Method - Run** か、装置の全面パネルにある **RUN** ボタンを押して、分析を開始します。装置が **Equilibrating**（平衡化）の状態になると、Evolution Workstation の状態表示画面で、その状況を見ることができます。

7.5.2 Evolution Workstation からメソッドの停止

装置が **Initialise Method, Waiting for Ready In, Equilibrating, Waiting for Run In** のどのような状態にあっても、**Method - Standby** を実行することでメソッドは停止し、スタンバイ状態に戻ります。もし、OPTIC-4 が **Running OPTIC Method** または **Running OPTIC & GC Methods** の状態にあるときには、**Method - End Run** を選択するか、装置の全面パネルにある **END RUN** ボタンを押すことで、装置はメソッドの初期化 **Initialise Method** に戻ります。

7.6 メソッドの最適化

メソッド内のパラメータによっては、ある範囲で最適な値を見つけることが必要になります。Evolution Workstation では、そのような最適化が簡単に行えるシーケンスプログラムを作成することができます。このメソッドパラメータの最適化は、シーケンス名、最適化するパラメータ名、その最小値と最大値、そしてステップ値を入力することで、自動でシーケンスを作成します。

メソッドパラメータの最適化を行うには、

- メニューから **Method – New Optimization Sequence** を選ぶ
- シーケンス名を入力する
- 最適化するパラメータ名を選択し、その最小値と最大値、そして 変化させるステップ値を入力する
- OK をクリックし、そのシーケンスを保存する

この後、編集が可能なシーケンス画面が表示されます。詳細については、第 8 章の「シーケンスの作成と実行」を参照してください。

7.7 作成済みメソッドを Expert（エキスパート）に変換

全てのメソッドは、Expert（エキスパート）メソッドに変換することができます。メニューから **Method/Convert to Export Method** を選びます。

8. シーケンスの作成と実行

シーケンスは、幾つかのメソッドを組み合わせで構成されます。各々のメソッドはその実行回数を定義することができます。シーケンスは Evolution Workstation から定義・実行することができます。

8.1 Evolution Workstation でシーケンスを作成する方法

File, New, Sequence を選択して **Insert** によって定義されたメソッドを挿入していきます。また、画面右にある **Repeat** 上下アローキーで、その実行回数を設定し、**Apply** によって定義することができます。メソッドの順番を変えるときには、**Up** または **Down** によって行います。同時に不要なメソッドは、シーケンスから削除することができます。定義されたシーケンスは、**File, Save** で保存します。

8.2 Evolution Workstation でシーケンスを実行・停止する方法

Evolution Workstation で定義されたシーケンスは、**Sequence** メニュー内にある有効化、実行、停止などの操作が行えます。

Execute を選択すると、OPTIC-4 にシーケンスがアップロードされて、最初のメソッドが実行します。

9. OPTIC-4 の特長

9.1 溶媒排出と溶媒モニター

ガスクロマトグラフィーにおける有効な注入方法として、溶媒を系外に排出する大量注入法があります。これは、注入口の温度を試料中の溶媒の沸点より低く設定し、試料を注入します。注入後、殆どの溶媒は、カラム内に導入されること無く、スプリットラインを通じて、系外に排出されます。この排出に必要な時間は、当然注入量や溶媒の種類によって異なりますが、5 から 45 秒程度で完了します。

その排出時間の最適化は、ときには簡単ではありません。OPTIC-4 には、溶媒センサーがスプリットライン中に設けられていますので、溶媒の排出工程を確認することができます。 Vent Mode パラメータが手動設定(Vent Mode = Fixed Time)または溶媒センサーによる自動設定(Vent Mode = SM Threshold か SMLevel) によって、溶媒排出時間を決定することができます。次の図は、自動設定でどのように決定されるのかを説明しています。

絶対値の設定では、(Vent Mode = SM Threshold)設定されたレベル値（threshold）より溶媒センサーのレベル値が低くなったときに、スプリットラインが閉じます（図 9.1）。

相対値の設定では、(Vent Mode = SMLevel) まず OPTIC-4 が溶媒センサーのゼロ点（図 9.1 の A ポイント）を認識し、溶媒ピークの高さを計測します。（ΔR）溶媒センサーのレベル値は、ΔR* SMLevel で計算されます。

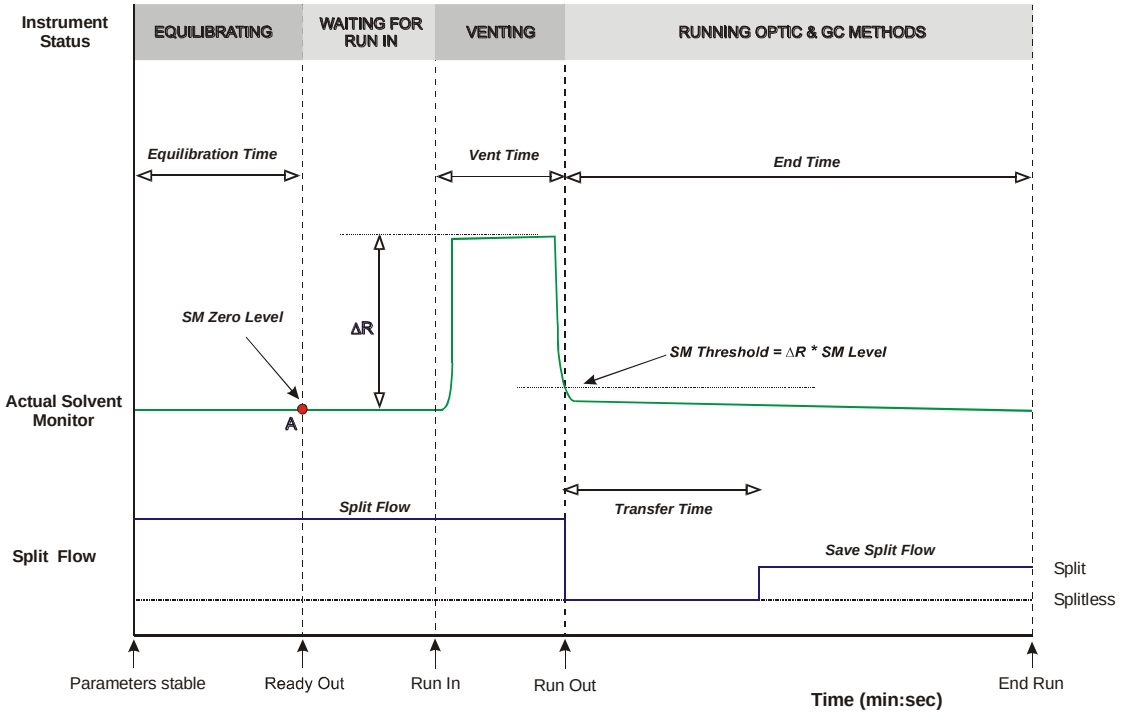


図 9.1 溶媒モニターの絶対値と相対値の設定

9.2 溶媒による冷却効果

溶媒が大量に系外へ排出されるとき、注入口内部（ライナー部）は、溶媒の気化のため、それ自身が非常に低い温度になって、溶媒の排出時間が長くなる場合があります。しかし、OPTIC-4 の温度制御は、常に溶媒排出時の温度を維持しようとします。通常の大量注入のアプリケーションは問題ありませんが、目的とする成分が、溶媒と非常に近接していたり、注入量が少なくて、その排出時間が短いような場合は、逆にライナー部分は、溶媒による冷却効果を維持した方が、良い場合があります。そのようなとき、'Solvent Cooling Effect' を Yes にすれば、溶媒排出時の温度制御は強制的にオフになり、図 9.2 の破線のようなイメージで低温を維持することができます。

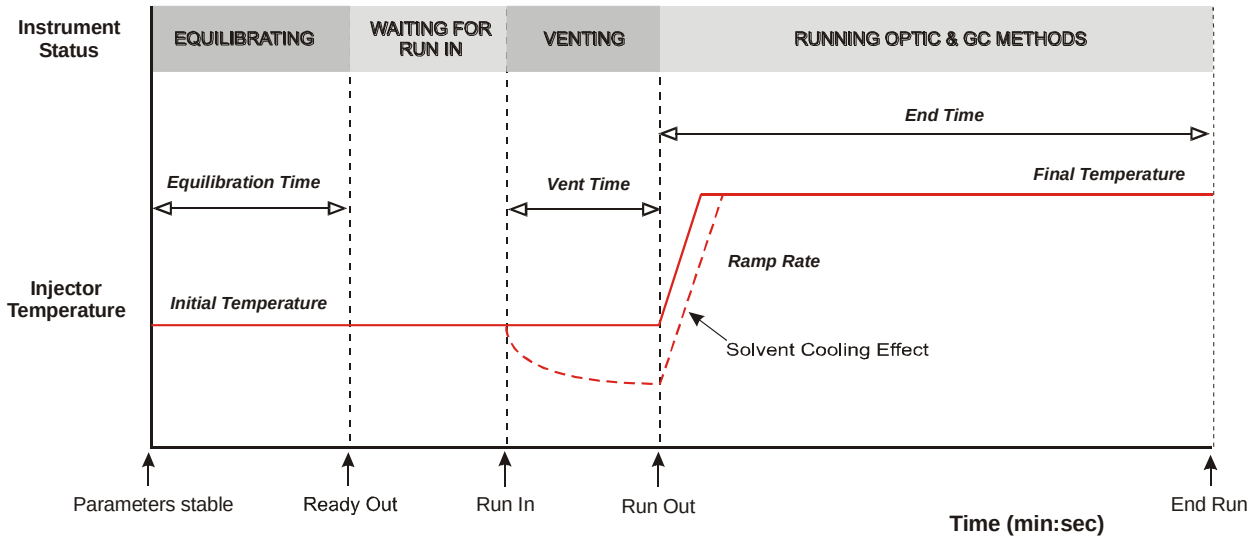


Figure 9.2 注入口の温度 -溶媒による冷却効果

9.3 最終温度のフローティング

初期設定として OPTIC-4 の全てのメソッドは、注入口の最終温度がメソッド終了まで持続するようになっています。その最終温度をフローティング（温度制御を行わない）する設定が可能です。その設定方法は、Temperature Control のパラメータを 'Floating'にして、Hold Time に End Time より短い値を入力します。このフローティングの設定を行うと、図 9.2 の破線のようなプロフィールとなります。フローティングは、注入口温度が常に高いことで 弊害となるような、例えばバックグランドレベルの上昇を抑えるなどの効果があります。

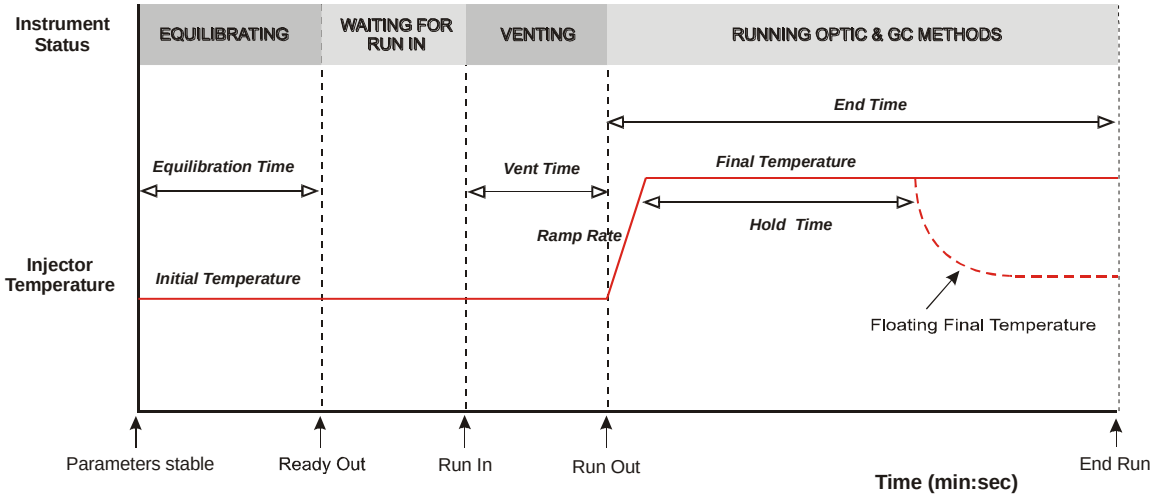


図 9.3 注入口の温度 -最終温度のフローティング

9.4 Expert メソッドでの負の温度勾配

OPTIC-4 の Expert メソッドでは、注入口温度に対して正と負の温度勾配を設けることができます（図 9.4）。ただし、OPTIC-4 は正の温度勾配に対してのみ、制御を行います。（負の温度勾配は制御 OFF のみ） したがって、負のときの Hold 時間も目安程度になります。また、注入口温度は常に、GC オーブンの温度よりも高くなるよう、設定してください。それは、GC オーブン温度の影響を注入口が受けるため、オーブン温度に近接した付近の温度制御が極めて難しいからです。

9.5 冷却バルブの設定

OPTIC-4 では、メソッドが実行しているときに、注入口の冷却用バルブの動作を有効にするか無効にするかの設定ができます。メソッドパラメータ内の Cooling Valve Mode で、Yes か No を選択します。No が選択されているときは、冷却用バルブの動作は Delay Time が終了してから無効になり、注入口は加熱制御だけで温度コントロールされます。通常は、No の状態で使用します。

9.6 外部出力

OPTIC-4 は 4 つの外部出力を持っています。これらはリレー接点によって外部機器を制御します。この外部出力機能は、**Configuration-System Configuration-Auxiliary Outputs** で有効にすることで、どのメソッドでも使用することができます。

9.7 クライオトラップの制御

OPTIC-4SC または OPTIC4-DC バージョンで、クライオトラップの使用が可能です。クライオトラップは、キャピラリーカラムの一部を冷却して、そこに試料を狭いバンドで一度トラップすることが目的です。このためのトラップ本体および電気制御系は、急速冷却と急速加熱を可能にして、ピークの立ち上がりとその再現性に大きく寄与します。このクライオトラップは、OPTIC-4 の標準装備されている全

てのメソッド内で使用することができます。例えば、次の図のように、クライオトラップの温度制御がメソッド内に追加されます。

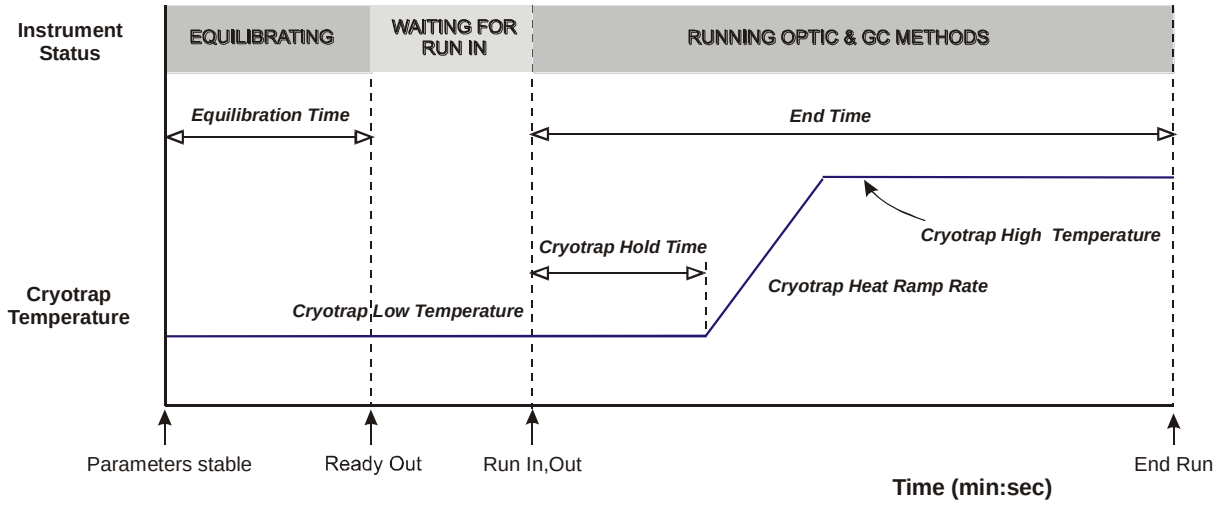


図 9.4 クライオトラップの温度パターン

9.8 技術情報

OPTIC-4 および ATAS GL の製品に関する技術情報、下記のホームページ上に逐一更新されて掲載しています。ぜひ、参考にしてください。
www.atasgl.com

10. クライオトラップの操作

10.1 クライオトラップの設定

クライオトラップは OPTIC-4 のどの標準的なメソッドで使用することができます。クライオトラップを有効にするために、Evolution Workstation ソフトウエアから設定します。

Evolution Workstation の設定は、**"Configuration - System Configuration – General"**で**"Cryotrap"**のチェックボックスを ON にし、OK をクリックして設定を有効にします。

10.2 クライオトラップの温度プロフィール

クライオトラップが有効になったら、どのメソッド内でその温度設定を行うことができます。その一例を第 9 章「OPTIC-4 の特長」に示しています。

以下のパラメーターが設定可能です。

Cryo Low Temperature（クライオトラップの初期温度）:
これは初期温度で、目的成分をトラップする温度です。-150°C から 350°C の間で設定します。一般的には、-150°C から 0°C の間で設定します。

Cryo Hold Time（低温持続時間）:
この時間は、注入口に試料が導入されて、トラップに目的成分が全て移動する時間を設定します。

> 参考にしてください！
>
> もしスプリットレスで試料をクライオトラップに搬送する場合は、クライオトラップの低温持続時間を、搬送時間より長めに設定します。入力範囲は、0 から 120 分の範囲ですが、通常 1 から 5 分の範囲で設定します。

Cryo Heat Ramp Rate（クライオトラップ昇温速度）:
これは、**Cryo Low Temperature**（クライオトラップ初期温度）から **Cryo High Temperature**（クライオトラップ最終温度）まで上昇する速度を°C/sec 単位で入力します。1～60 °C/sec の間で入力します。

Cryo High Temperature（クライオトラップ最終温度）:
これは最終温度で、目的成分をトラップから脱着してカラムに移動する温度です。-150°C から 350°C の間で設定します。一般的には、100°C から 350°C の間で設定します。

> 参考にしてください！
>
> カラムの最高使用温度より高い温度設定は避けてください。カラムの寿命を極端に短くするだけでなく、分離状態の悪化や、カラムからのブリードが多くなるなど悪影響があります。

11. 保 守

OPTIC-4 は、消耗品の交換など、あまり大きな保守を必要としませんが、分析によっては、注入口内が汚染されて、洗浄が必要となる場合があります。何か問題点が発生しましたら、第 12 章「トラブルシューティングと故障診断」を参照してください。

警告します！

トラブルを解決するために、本章に記載されている手順を良く読んで確認およびメンテナンスを行ってください。問題が解消されるまで、OPTIC-4 制御ユニットと GC の電源は OFF にしてください。

11.1 日常の保守

OPTIC-4 は、一般の GC と同様に、特別な保守を必要としません。

1. 定期的にライナーを点検し、もし汚れているようであれば、新品に交換するか洗浄、充填ライナーの場合は再充填を行ってください。

2. 定期的にセプタムは交換してください。交換の目安は 100 回の注入回数です。

3. ライナーの交換時、またはガス漏れが発生しているときは、O-リングを交換してください。

4. 増し締めしてもガス漏れを解決できないときは、カラム取り付け用フェラルを交換してください。

5. スプリットライン用のチャコールフィルターの交換目安は、半年毎です。

11.2 洗 浄

もしクロマトグラム上に、キャリーオーバーまたはバックグランドの上昇が確認されたら、注入口の汚れが疑われます。以下の手順に従って、洗浄を行ってください。

1. カラムを取り外して、空のきれいなライナーを装着します。Evolution Workstation から **Configuration - Standby** で以下の設定を行って実行してください。

   - Split valve state: Split
   - Injector temperature: 600 °C
   - Column flow: 0.5 mL/min
   - Split flow: 200 mL/min

この設定を 1 時間実行し、注入口内をパージします。

2. もし、加熱空気が送れるホットエアーガンをお持ちでしたら、キャリヤガスおよびスプリットラインを加熱して、残存している妨害成分を系外に追い出します。

3. 注入口のカラム接続口には、穴の開いていないフェラルまたは、ワイヤーなどで栓をして、1, 2 のステップを繰り返します。

4. 改善されたかどうかを確認してください。

5. まだ改善されていないときには、OPTIC-4 注入口からカラムとライナーを取り外し、同時に注入口ガスラインを制御ユニット部から外してください。

6. 注入口のカラム接続口の下に、大き目のビーカーなどの容器をおいて、注入口内や、それぞれのラインを適切な溶媒で洗浄してください。注入口内は、溶媒をしみ込ませたウールを用いて、壁をふき取り洗浄します。

7. 1 から 4 のステップを繰り返します。

8. 以上の洗浄でまだ改善されないときには、最寄りの営業所までお問い合わせください。

11.3 キャリヤガスのガス漏れ確認

GC システムでは、キャリヤガス系にガス漏れがあると、その消費量が多くなるばかりか、再現性などの性能にも影響を与えます。キャリヤガスのガス漏れ確認には、リークディテクター（例 G300001:LD229）の使用をお奨めします。

キャリヤガス系にガス漏れに関しては、下記の方法で確認することができます。

1. OPTIC-4 を**”Standby”**に設定します。

2. 注入口と GC オーブン温度が 40 °C 以下になるのを待ちます。

3. 分析カラムを取り外し、その代わりに不要になったカラムなどの一部を切って取り付けます。その終端は使い古しのセプタムを付けるなどして栓をします。

4. キャリヤガスの供給圧力が 700 kPa であるか確認します。

5. 排出口 “Exhaust” と “SP Exhaust” に適当な長さの 1/8 インチの PTFE チューブなどを接続してください。これは、排出されるキャリヤガスが他の接続部分に干渉することを防ぎ、ガス漏れ確認を正しく行うためのものです。

6. Evolution Workstation の**”Configuration/System Configuration”** 内のカラムパラメータを、”Internal Diameter - 0.25 mmLength – 30 m”と設定します。

7. Evolution Workstation の**”Configuration/Standby Parameters”** で、”column flow は 20 mL/min”、”split flow は 200 mL/min” に設定します。

8. 数分待って、Evolution Workstation の状態表示画面で、”column flow” が確かに 20 mL/min になっているかを確認します。

9. 同様に、”split flow” が 200 mL/min になっているかを確認します。

10. 以上の確認で、もしカラム流量が 20 mL/min に到達しない場合は、リークディテクターを用いて、図 11.1 と表 11.1 に示した確認場所のガス漏れ確認を行ってください。

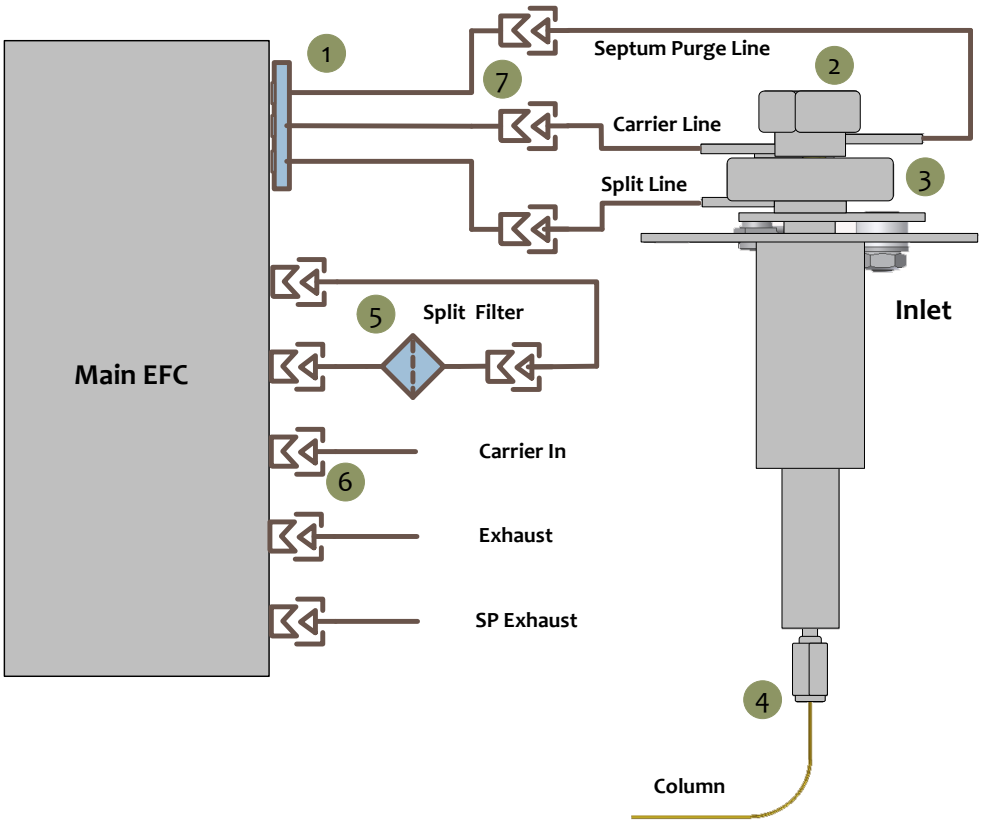


図 11.1 ガス漏れ確認の箇所

確認箇所	説 明
1	注入口ガスライン接続部
2	セプタム
3	O-リング
4	カラム接続部
5	スプリットラインフィルター接続部
6	キャリヤガス供給入口
7	注入口ガスラインの中継接続部

表 11.1 ガス漏れ確認箇所の説明

注意してください！

ガス漏れ検査にはリークディテクター（例 G300001:LD229）を使用してください。石鹸水や類似のものは、決して使用しないでください。注入口内部やカラム内を汚染してしまう場合があります。

11. リーク場所が見つかったときは、増し締めを行うか、一度外してフェラルなどに問題がないか確認します。必要に応じて、新しい部品に交換してください。

注意してください！

カラム接続ナットを余りきつく締めすぎないように、注意してください。注入口のカラム取り付け口は、非常に細いため破損しやすいです。

11.4 サービス

OPTIC-4 は、前述した日常の保守と洗浄以外に特別なサービスを必要としません。日常の保守で改善されないトラブルが発生しましたら、最寄りの営業所までお問い合わせください。

12. トラブルシューティングとエラーメッセージ

この章では、発生する可能性のある問題に対して、その原因と解決方法を記述しています。もし問題解決にならなかったときには、最寄りの営業所までお問い合わせください。

12.1 トラブルシューティング

OPTIC-4 の据付、操作上で何か問題が発生しましたら、以下の点を確認してください。

12.1.1 電源が入らない

装置の電源投入ができないときは、以下の点をチェックしてください。

問題点	対 策
電源ケーブルが完全に電源ソケットに差し込まれていない、または本体のソケット部に差し込まれていない	電源ケーブルの差し込みが接続であるか確認する
本体電源入力部のヒューズが断線した	ヒューズを交換する

12.1.2 注入口が加熱されない

注入口が加熱されない場合は、以下の点をチェックしてください。

問題点	対 策
パワーケーブルの端子部などが劣化	ケーブルを交換する
パワーケーブルが制御ユニットまたは注入口端子部に接続されていない	接続を確認する

12.1.3 注入口の加熱が遅い

表示された温度が設定値に到達するのに異常に長い時間がかかる場合は、以下の点をチェックしてください。

問題点	対 策
パワーケーブルが完全に注入口端子部に接続されていない	対策前に、必ず本体の電源を OFF。パワーケーブルを注入口端子部から一度外し、端子表面が汚れている場合は、ヤスリ等で磨き、再びパワーケーブルを接続する

12.1.4 注入口の冷却が遅い

注入口が、メソッド中で設定された初期温度まで冷却するのに異常に長い時間がかかる場合は、以下の点をチェックしてください。

問題点	対 策
圧縮空気の供給圧力が低い	500 kPa 程度の圧力にする
液体窒素ベッセル内の圧力が低い	150 kPa 程度の圧力にする

12.1.5 流量/圧力が設定値まで到達しない

もしカラム流量が設定値まで到達せずに、**INJ PRESSURE WARNING** が表示されたら、以下の点をチェックしてください。

問題点	対 策
キャリヤガスが供給されていない	確認し、元圧弁を開ける
供給圧力が低すぎる	500 - 600 kPa 程度の圧力にする
ガス漏れがある	ガス漏れ検査を行う
カラムパラメータが不適切	正しいカラム内径、長さ、キャリヤガスの種類と出口圧力の選択を行う

12.2 エラーおよび警告

全ての OPTIC-4 に関するエラーおよび警告は、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。それらのエラーおよび警告が発生すると、ビープ音が鳴ります。

12.2.1 注入口温度センサーの異常

“INJ TC FAULT”エラーは、注入口温度センサー自身に断線などの異常が発生したとき、または温度センサーと装置制御部との接続に何らかの問題が発生したとき、それらの問題が 2 秒以上継続した場合に、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.2 注入口グランドの異常

“INJ EARTH FAULT”エラーは、注入口温度センサーが注入口本体から外れたとき、温度センサーと装置制御部との接続に問題が発生したとき、または注入口本体と GC 間とのグランドがしっかり取られていないときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.3 注入口オーバーパワー

"INJ OVERPOWER"エラーは、25 秒以上フルパワーで印加しても、注入口温度が所定の設定温度に到達しなかったときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.4 注入口温度が上限をオーバー

"INJ TEMP ABOVE MAX"エラーは、注入口の温度が 650°をオーバーしたときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.5 クライオトラップ温度センサーの異常

"CRYO TC FAULT"エラーは、クライオトラップ温度センサー自身に断線などの異常が発生したとき、または温度センサーと装置制御部との接続に何らかの問題が発生したとき、それらの問題が 2 秒以上継続した場合に、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.6 クライオトラップグランドの異常 Cryotrap Earth Fault

"CRYO EARTH FAULT"エラーは、クライオトラップ温度センサーがクライオトラップ本体から外れたとき、温度センサーと装置制御部との接続に問題が発生したとき、またはクライオトラップ本体と装置制御部間とのグランド回りに問題が発生したときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.7 クライオトラップオーバーパワー

"CRYO OVERPOWER"エラーは、25 秒以上フルパワーで印加しても、クライオトラップ温度が所定の設定温度に到達しなかったときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.8 クライオトラップ温度が上限をオーバー

"CRYO TEMP ABOVE MAX"エラーは、クライオトラップの温度が 400°C をオーバーしたときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。このエラーが発生すると、温度制御回路は遮断され、電源再投入をしなければ復帰しません。

12.2.9 注入口温度の警告

"INJ TEMP WARNING"は、スタンバイ時、またはメソッドの初期化および実行中に、注入口温度が設定温度に達しないときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。実際の温度が、設定温度から±50°C **の範囲を外れた**ときに、この警告が表示されますが、制御系は昇温中においても、このチェックを行っています。そのため、この警告に対する復帰は可能です。

12.2.10 クライオトラップ温度の警告

“CRYO TEMP WARNING”は、スタンバイ時、またはメソッドの初期化および実行中に、クライオトラップ温度が設定温度に達しないときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。実際の温度が、設定温度から±50°C **の範囲を外れた**ときに、この警告が表示されますが、制御系は昇温中においても、このチェックを行っています。そのため、この警告に対する復帰は可能です。

12.2.11 注入口圧力の警告

“INJ PRES WARNING”は、スタンバイ時、またはメソッドの初期化および実行中に、注入口圧力が設定値に達しないときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。この警告は、2 分以上経っても、注入口圧力がカラム流量から計算された設定圧力値±25 kPa の範囲に達しないときに表示されます。この警告に対する復帰は可能です。

12.2.12 追加ライン流量の警告

“AUX FLOW WARNING”は、スタンバイ時、またはメソッドの初期化および実行中に、追加ライン流量（バックフラッシュなど）が設定値に達しないときに、Evolution Workstation の状態表示バーに表示されます。この警告は、2 分以上経っても、実際の流量が設定値±20%または±2 mL/min の範囲に達しないときに表示されます。この警告に対する復帰は可能です。

13. 技術仕様

一 般

- 大きさ: 34 cm × 15 cm × 34 cm (h × w × d)
- 重さ: 8.4 kg (OPTIC-4DC 制御ユニット)
- 使用環境温度: 18 - 40°C
- 使用環境湿度: 40 - 70%
- 電源: 100 ÷ 240 VAC, 50-60 Hz
- 通常消費電力: 150 VA
- 最高消費電力: 450 VA
- 安全規格:
  The European Low Voltage Directive
  The Electromagnetic Compatibility Directive
- RoHS Compliant

注入口

- 圧力/流量の電子制御 Full electronic pressure/flow control
- 最高使用温度: 600°C（GC オーブン温度が 35°C のとき）
- 冷却: 空気(35°C 付近まで)、液化炭酸(-50°C まで)、LN_2(-180°C まで)
- 昇温速度: 1.0 - 60 °C/sec
- 9つまでの温度プログラム設定可能（負の勾配も設定可能）
- Merlin MicroSeal セプタム使用可能
- 冷却用圧縮空気: 水分・オイルフリーで、供給圧力 500 kPa

電子制御バルブ

- 2 系列の制御まで可能
- カラム、スプリット、セプタムパージ流量の制御
- 圧力レンジ: 7 - 700 kPa
- 流量レンジ: 5 - 500 mL/min He (メインチャンネル, 全ての機種), 2 - 100 mL/min He (追加チャンネル, OPTIC-4D と OPTIC-4DC のみ)
- 圧力センサー:
  精　度: ± 1% full scale
  再現性: ± 0.2% full scale
- 流量センサー:
  精　度: ± 1% full scale　セプタムパージ流量は± 10% full scale（±1.0 mL/min）
  再現性: ± 0.2% of full scale
- 9 ステップのプログラムが可能
- He, N_2 または H_2 キャリヤガス、最大使用圧力 700 kPa
- 溶媒センサーがスプリットラインに搭載
- チャコールフィルターがスプリットラインに搭載

外部通信

- LAN
- USB
- 4 つの外部出力リレー (30V/500 mA max.)
- DC24 V の補助電源搭載 (250 mA max.)
- GC およびオートサンプラーへのリモートスタート/ストップ信号

Evolution Workstation 制御ソフトウエア

- メソッドの作成と編集
- リアルタイムの状態表示機能
- 自動最適化シーケンス機能
- ダイレクトコントロール
- システムログファイル
- パスワード管理と、2 種類のユーザー権限あり
- オンラインヘルプ機能

クライオトラップ

- 使用温度範囲: -150°C ー 350°C
- 昇温速度: 1.0 - 60 °C/sec
- 冷却:液体窒素ベッセル (150 – 200 kPa)
- 殆どの GC に搭載可能

補足資料 A: OPTIC-4 のパラメータ初期値

A.1. スタンバイパラメータ

パラメータ名	初期値	入力範囲
Timeout	30:00 min:sec	0 - 500 min
Inlet Temperature Control	Yes	Yes/No
Inlet Temperature	35 °C	-180 ÷ 600 °C
Standby Column Flow	1.0 mL/min	0 - 20.0 mL/min
Standby Split Valve State	Split	Split/Splitless
Standby Split Flow	50.0 mL/min	0.0 ÷ 450 mL/min
Inlet Cooling	OFF	ON/OFF
Standby Septum Purge Flow	5.0	0.0 ÷ 10.0 mL/min
Standby Auxiliary Flow (OPTIC-4D and OPTIC-4DC)	10.0	0.0 ÷ 100 mL/min
Cryotrap Temperature Control	No	Yes/No
Cryotrap Temperature	35 °C	-150 ÷ 350 °C
Auxiliary Output 1	Open	Open/Closed
Auxiliary Output 2	Open	Open/Closed
Auxiliary Output 3	Open	Open/Closed
Auxiliary Output 4	Open	Open/Closed

A.2 システム設定のパラメータ

パラメータ名	初期値	入力範囲
OPTIC-4 Access Control	No	Yes/No
Password		String maximum 11 characters
Maximum Temperature	350 °C	100 ÷ 600 °C
Communication Interface	USB	USB/LAN
Main EFC	Yes	Yes/No
Auxiliary EFC	No	Yes/No
Cryotrap	No	Yes/No
Keyboard Beeper	Enabled	Enabled/Disabled
Reset Parameters	No	Yes/No

A.3 GC とオートサンプラーの入力/出力設定

パラメータ名		初期値	入力範囲
OPTIC – Autosampler Ready Out		Closed On Ready	Closed On Ready/Open On Ready
OPTIC – GC Interface		OPTIC Master	Master/Slave
Master	Ready In	Closed On Ready	Closed On Ready/Open On Ready
	Ready Out	Disabled Closed	Disabled Open/Disabled Closed
Slave	Ready In	Disabled	Disabled
	Ready Out	Closed On Ready	Closed On Ready/Open On Ready

A.4 カラムパラメータ

パラメータ名	初期値	入力範囲
Internal Column Diameter	0.25 mm	0 - 1 mm
Column Length	30 m	0 - 100 m
Column Outlet Pressure	1 Atm	1 Atm/Vacuum
Carrier Gas	He	$He/N_2/H_2$

補足資料 B: 背面のコネクター関係

参考: 使用していないピン番号は、以下の表には記載していません。

B.1 ガスクロマトグラフ用コネクター

これらの入力と出力は、6 ピン型 min-DIN コネクター（メス）に割り当てられています。

ピン番号	機能	説明
5	Ready In	TTL In
4	Run In	外部機器から接点閉じ。この時 OPTIC -4 がラン状態に入る。
2	Ready Out	TTL Out
1	Run Out	TTL Out（この状態に入ったとき 1 秒間接点が閉じる）
3,6	GND	

B.2 オートサンプラー用と補助入力コネクター

これらの入力と出力は9ピン型 D−サブコネクター（メス）に割り当てられています。

ピン番号	機能	説明
1	Ready Out	TTL Out
3	Run In	外部機器から接点閉じ。この時 OPTIC-4 がラン状態に入る。
6,7	GND	

B.3 補助出力コネクター

これらの出力は、15 ピン型 D-サブコネクター（メス）に割り当てられています。

ピン番号	種類	説明
1	Power output	24 V ± 20 %. Max. current 250 mA
2(COM), 3(NO), 4(NC)	Auxiliary Out 1	Relay output (max. 30 V/500 mA)
5(COM), 6(NO), 7(NC)	Auxiliary Out 2	Relay output (max. 30 V/500 mA)
8(COM), 9(NO), 10(NC)	Auxiliary Out 3	Relay output (max. 30 V/500 mA)
11(COM), 12(NO), 13(NC)	Auxiliary Out 4	Relay output (max. 30 V/500 mA)
15	GND	

補足資料 C: 部品、消耗品、交換用部品

C.1 注入口用ライナー

パーツ番号	詳 細	個数/パック
A100001	Fritted Liner, frit 15 mm	5
A100092	Liner for Split Injections (single necked)	5
A100049	Liner for Splitless Injections	5
A100132	Baffled Liner for Splitless Injections	5
A100128	On-column Liner for 0.32 mm Columns	5
A100129	On-column Liner for 0.53 mm Columns	5
L100011	DMI Liner with Taper	5
L100009	Fritted Liner (20 mm) with Single Taper	5
A100060	“A” Type Packed Liner for Large Volume Injections	5
A100095	“8270” Packed Liner for Large Volume Injections	5

C.2 消耗品

2406-1002	OPTIC Low Bleed White Septum, 11 mm, pk/25	25
3007-11605	High Resistance Silicon O-Ring	20
2406-1003	OPTIC Graphite Ferrule for 0.53 mm ID Column, pk/10	10
2406-1004	OPTIC Graphite Ferrule for 0.1 - 0.32 mm ID Column, pk/10	10
2406-1005	OPTIC Injector Metal Ferrule, Column ID 0.25mm, pk/10	10
2406-1006	OPTIC Injector Metal Ferrule, Column ID 0.32mm, pk/10	10
2406-1007	OPTIC Injector Metal Ferrule, Column ID 0.53mm, pk/10	10

C.3 交換用部品

2406-2047	OPTIC Stainless Steel Injector Bottom Nut, pk/5	5
2406-2048	OPTIC Key Injector Bottom Nut	5
2406-2049	OPTIC Injector Bottom Nut for Metal Ferrule, pk/5	5
2406-2010	OPTIC-4 Injector Septum Nut Standard	1
2406-2012	OPTIC-4 Injector Top Boss Clamp Nut	1
2406-2013	OPTIC-4 Injector Clamp Nut Insulator	1
2406-2015	OPTIC-4 Injector Septum Nut, Shimadzu type	1
2406-2016	OPTIC-4 Injector Septum Nut Insert, Shimadzu type	1
2406-4020	OPTIC-4 Solvent Monitor Assembly	1
2406-2250	OPTIC-4 Injector Cooling Valve	1
2406-2051	OPTIC-4 EFC Fitting, 1/8" tubing	1
2406-2056	Shimadzu aluminum packing type-G, pk/10	10
2406-2257	Fuse, Slow Blow, 230V, 6.3A, pk/5	5
2406-2269	OPTIC Injector Bottom Insulation Cap Agilent 7890 GC	1
2406-2270	OPTIC GC Oven Thermocouple	1
2406-4025	OPTIC-4 Split Line Filter Assembly	1
2406-4005	OPTIC-4 Injector Assembly Base	1
2406-4016	OPTIC-4 Main EFC Channel	1
2406-4017	OPTIC-4 Aux EFC Channel	1

C.4 インターフェースケーブル

2406-4034	Interface Cable for PAL Autosampler	1
2406-4035	Interface Cable for Shimadzu GC2010	1
2406-4036	Interface Cable for Agilent 7890	1
2406-4037	Interface Cable for Trace GC	1

C.5 アクセサリー/アップグレード

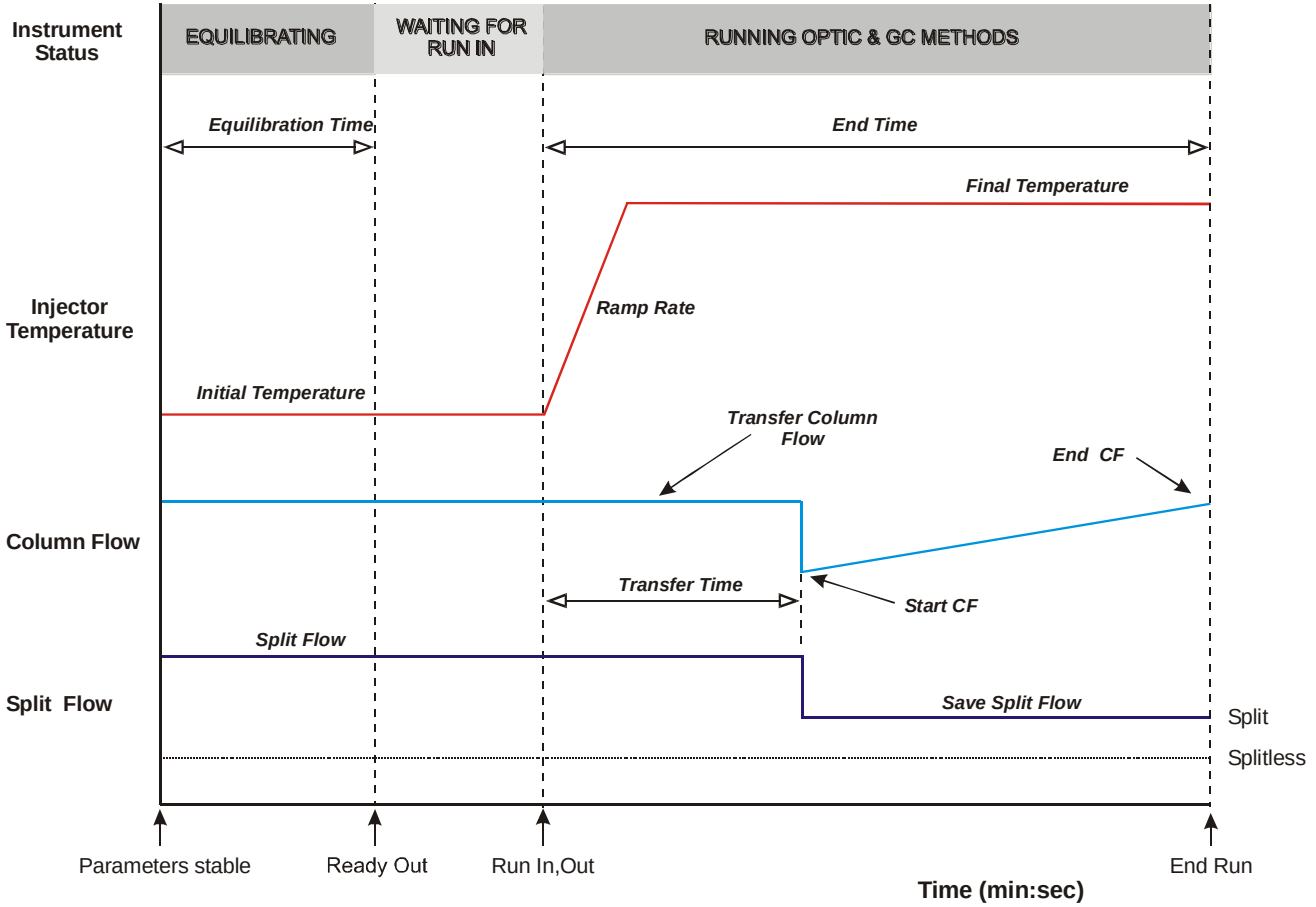
2406-4150	Upgrade kit OPTIC 4-S to OPTIC 4-D	1
2406-4151	Upgrade kit OPTIC 4-S to OPTIC 4-SC/D	1
2406-4152	Upgrade kit OPTIC 4-D to OPTIC 4-DC/D	1
2406-4153	Upgrade kit OPTIC 4-S to OPTIC 4-DC/D	1
2406-4154	Upgrade kit OPTIC 4-S to OPTIC 4-SC/CO2	1
2406-4155	Upgrade kit OPTIC 4-D to OPTIC 4-DC/CO2	1
2406-4156	Upgrade kit OPTIC 4-S to OPTIC 4-DC/CO2	1
2406-4157	Injector Heat Exchanger Cooling Option (LN2)	1
2406-4158	Tee Joint for Injector Backflush	1
2406-4159	OPTIC-4 Injector Cooling Kit, Direct LN2	1
2406-4160	OPTIC-4 Injector Cooling Kit, CO2	1

C.6 据付キット(ケーブル含む)

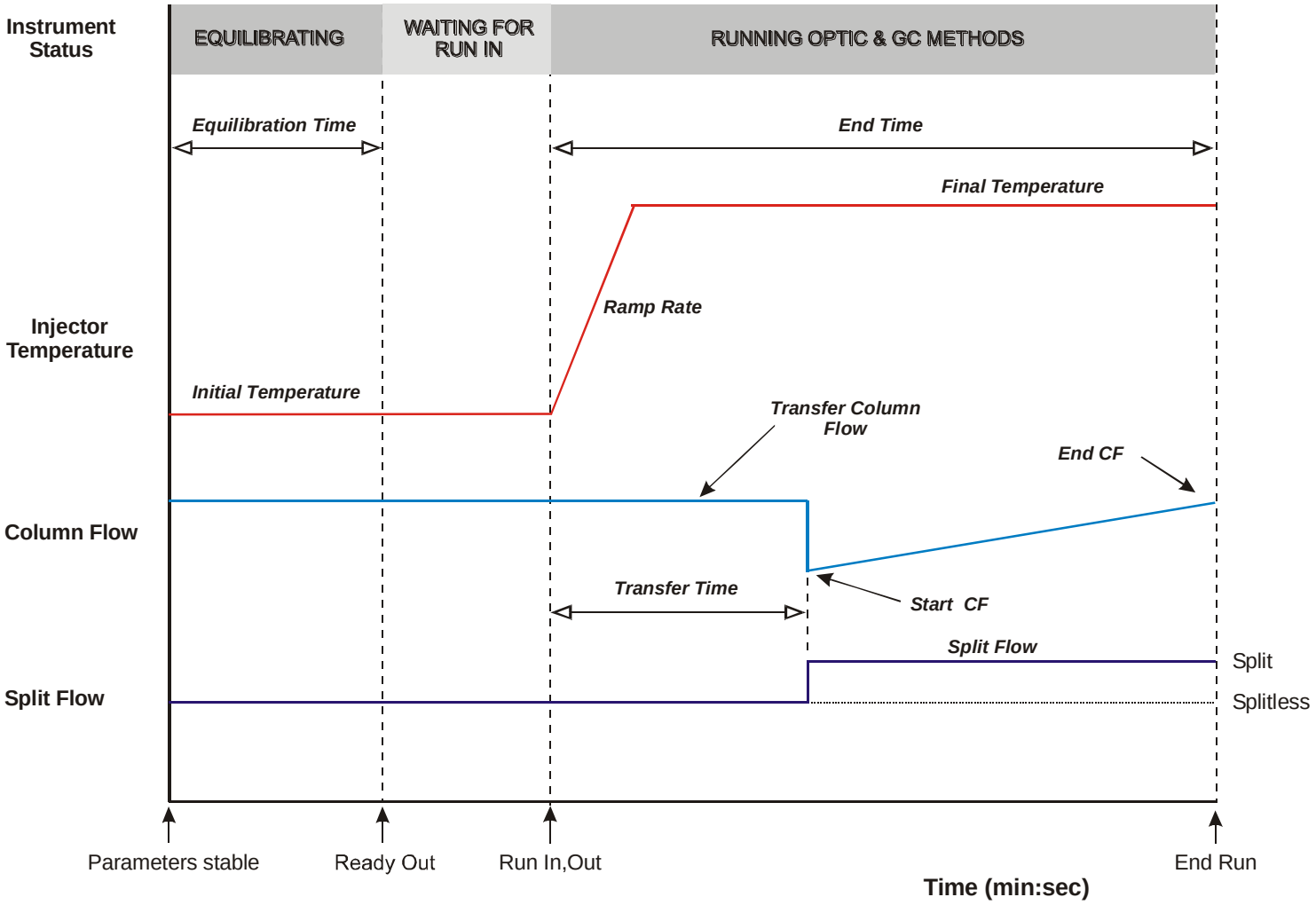
2406-4124	OPTIC-4 Installation Kit for Shimadzu 2010 GC	1
2406-4125	OPTIC-4 Installation Kit for Agilent 7890 GC	1
2406-4126	OPTIC-4 Installation Kit for Thermo GC	1

補足資料 D:　メソッドのプロフィール例

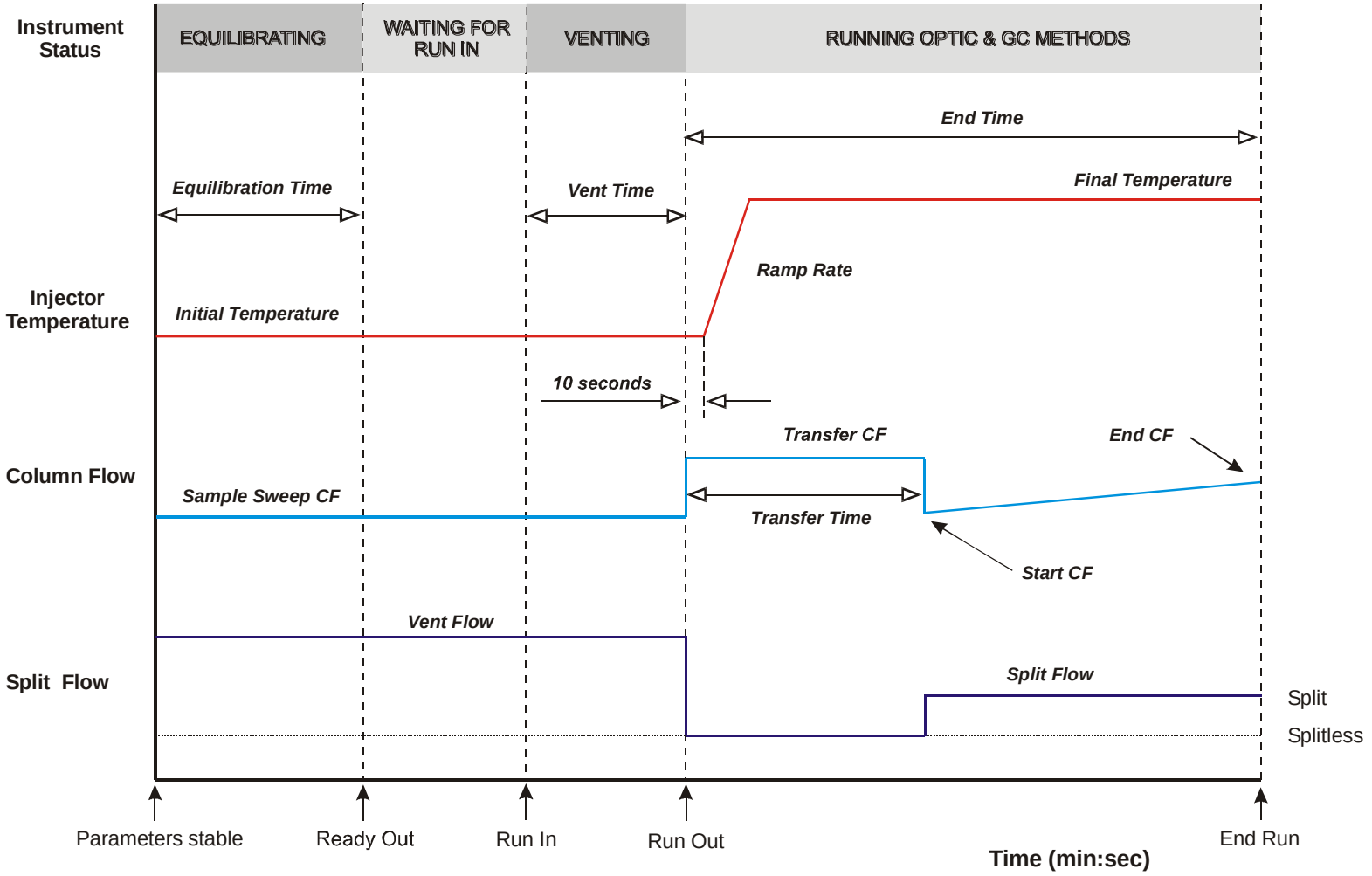
D.1　Split（スプリット）メソッド



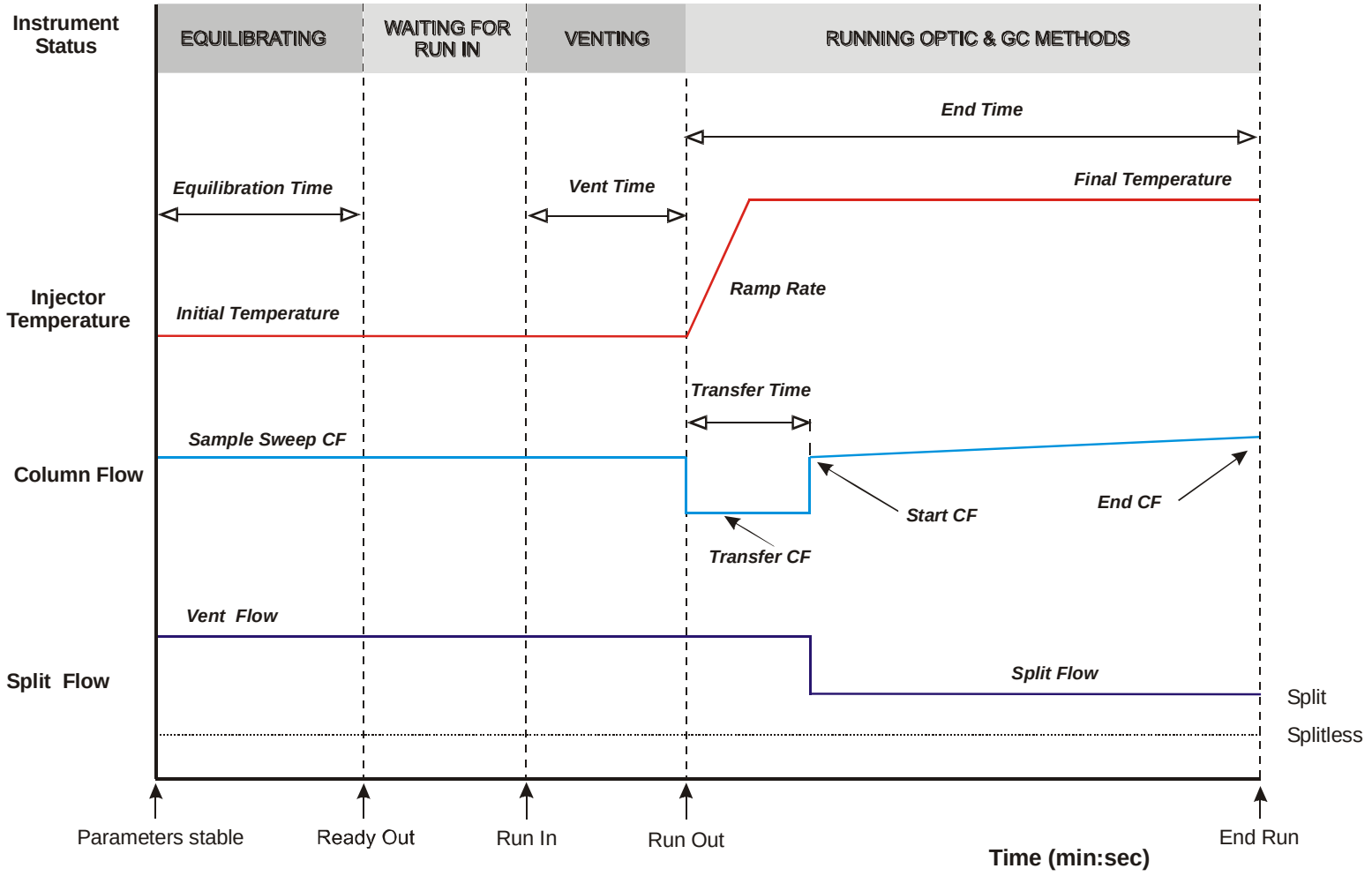
D.2 Splitless（スプリットレス）メソッド



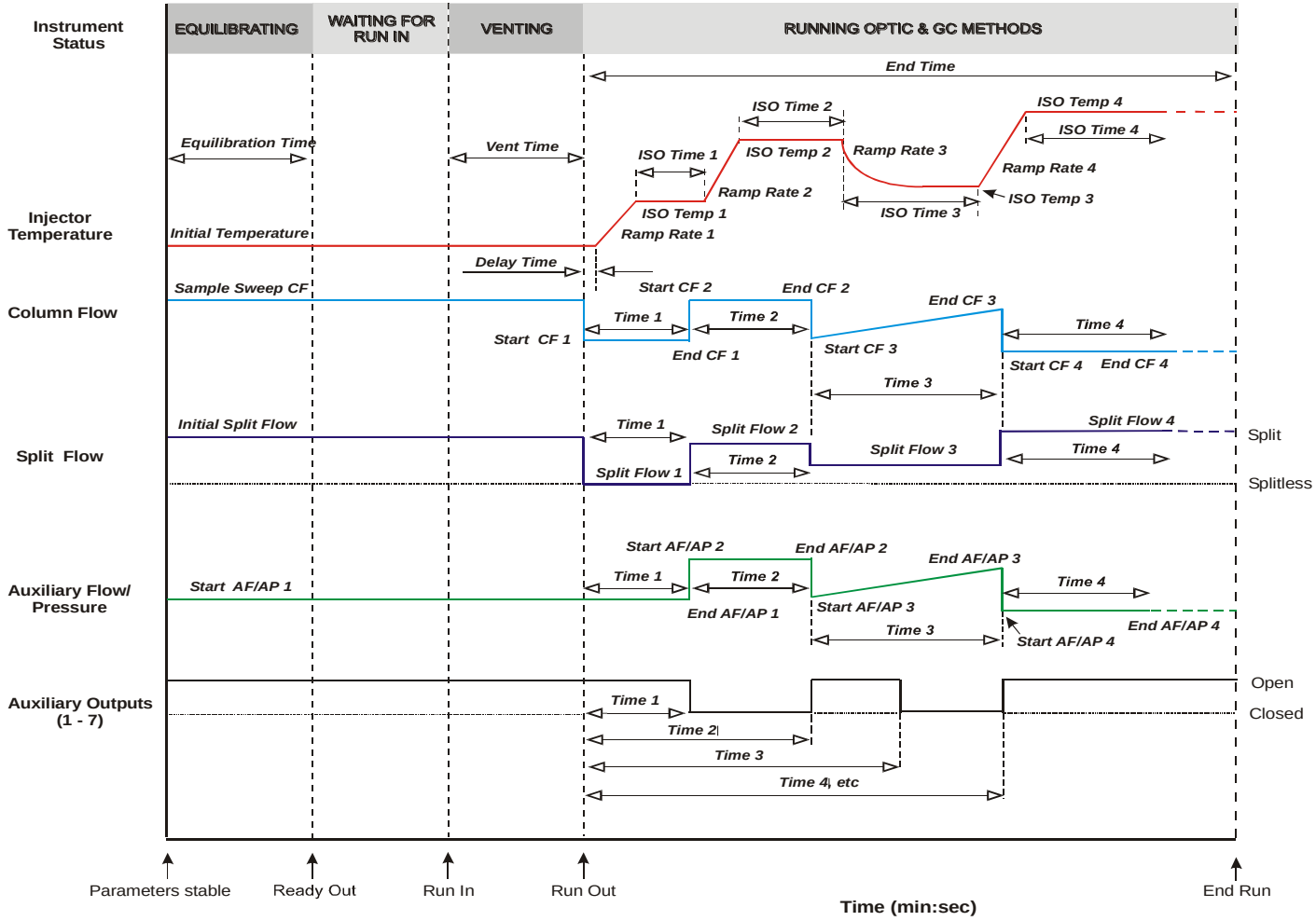
D.3 Large Volume Injection（大量注入）メソッド



D.4 LINEX-TD/LINEX-DMI メソッド



D.5 Expert（エキスパート）メソッド



補足資料 E: ライナーの種類

参考にしてください！

A100060 と A100095 の充てん剤入りライナー以外で、「不活性処理」を施したライナーをご希望の場合は、パーツ番号に “S”を付けてご注文ください。（例 A100001S）

Fritted Liner, Frit at 15 mm, p/no A100001

このライナーはスプリットとスプリットレス注入（ホット、コールド両方）に良く使います。さらに、充てん剤を詰めて、気体試料の捕集や、大量注入にも利用できますし、固体試料の直接加熱法や熱分解法の分析にも使用することができます。充てんする場合は、充てん高さを 25mm 程度とし、不活性処理済みのガラスウールまたは石英ウールで栓をします。（5 本入り/1 パック）

Single-Necked Liner for Split Injections, p/no A100092

このライナーは 3.4mm の内径を持つ比較的容積の大きいライナーで、スプリット注入（ホット、コールド両方）に良く使います。試料のミキシング効果を得るために、不活性処理済みのガラスウールまたは石英ウールを充てんする場合があります。（5 本入り/1 パック）

Liner for Splitless Injections, p/no A100049

このライナーの内径は 1.0mm で、試料の拡散が小さくカラムへの導入が早く行われることから、スプリットレス注入（ホット、コールド両方）に良く使います。容積が小さいので注入量は 1 µL 以下です。SPME を用いた分析にも適しています。（5 本入り/1 パック）

Baffled Splitless Liner, p/no A100132

このライナーの内径は 1.0mm で、試料の拡散が小さくカラムへの導入が早く行われることから、スプリットレス注入（ホット、コールド両方）に良く使います。容積が小さいので注入量は 1 µL 以下です。また、流路が工夫されており、試料がライナー内に必ず保持されるので、高沸点成分の再現性が良くなります。（5 本入り/1 パック）

On-Column Liner for 0.32 mm columns, p/no A100128

このライナーの先端から 10mm の部分が細く絞られており、カラムの先端がここにフィットすることで、オンカラム注入を行います。適用するカラム内径は 0.32mm です。オンカラム注入は、大量注入の最適化を行う際に、とても理想的な比較クロマトグラムが得られます。なお、このライナーは LINEX オプションには使用できません。（5 本入り/1 パック）

On-Column Liner for 0.53 mm columns, p/no A100129

A100128 同様のオンカラム注入用ですが、適用するカラム内径は 0.53mm です。なお、このライナーは LINEX オプションには使用できません。（5 本入り/1 パック）

Fritted Liner with Single Taper and Frit on 20 mm, p/no L100009,
このライナーはスプリットとスプリットレス注入（ホット、コールド両方）に良く使います。さらに、充てん剤を詰めて、気体試料の捕集や、大量注入にも利用できますし、固体試料の直接加熱法や熱分解法の分析にも使用することができます。充てんする場合は、充てん高さを 20mm 程度とし、不活性処理済みのガラスウールまたは石英ウールで栓をします。カラム先端部が絞られているので、活性のある試料に関して導入率が向上します。（5 本入り/1 パック）

大量注入(LVI)用のライナー

ここに紹介するライナーは、多くの実績があり良く知られている特徴があります。それは、大量注入(LVI)の多くのアプリケーションに、信頼性のある解決策を提供することです。厳選された充てん剤入りのライナーは、過去において大量注入用に開発されました。

A-type Packed Liner for Large Volume Injections, p/no A100060

不活性処理された充てん剤が充てんされており、350°C までの温度で使用することができ、100µL の注入が可能です。このライナーでは、農薬、トリアジン、多環芳香族、ミネラルオイル、誘導体化された除草剤中酸化物、不正薬物などの分析に適している報告がなされています。(5 本入り/1 パック)

"8270" Packed Liner for Large Volume Injections, p/no A100095

不活性処理された充てん剤が充てんされており、350°C までの温度で使用することができ、100µL の注入が可能です。このライナーは、EPA メソッド 8270 の分析用に開発されました。(5 本入り/1 パック)

Sintered Glass Liner with Taper, p/no A100133

このライナーは、600°C まで使用することができます。注入量は充てん剤入りのライナーより小さく 50 µL 程度までですが、高沸点成分の大量注入に適しています。このライナーの性能を最大限に引き出すためには、サイドホール付ニードルのシリンジの使用をお奨めします。(5 本入り/1 パック)

LINEX-DMI Liners

LINEX DMI Liner, p/no L100011

このライナーはマイクロバイアルがちょうど中心にセットできるよう工夫がされており、DMI 法に使用することができます。前処理を行っていない生の試料や簡単な処理を行った試料をマイクロバイアル内に入れます。マイクロバイアル 2406-1010 と、ニードルガイド L100012 または L100013 と組み合わせると、液体試料をマイクロバイアル内に直接注入することができます。(5 本入り/1 パック)

LINEX DMI Needle Guide Straight, p/no L100012
L100011 と一緒に使用することで、シリンジニードルのガイドをします。(5 本入り/1 パック)

DMI Sample Vial, p/no 2406-1010

DMI 法の試料コンテナーとして、L100011 と一緒に使用します。(100 ケ入り/1 パック)

LINEX Metal Needle Guide, p/no L1000013
L100011 と一緒に使用することで、シリンジニードルのガイドをします。マクロプログラムが必要になります。

LINEX-TD Liners

Fritted Liner with Single Taper and Frit at 20 mm, p/no L100009
このライナーは LINEX オプションを用いた、固体試料の直接加熱法に使用することができます。充てん剤を詰めて、気体試料の捕集や、大量注入にも利用できます。充てんする場合は、充てん高さを 25mm 程度とし、不活性処理済みのガラスウールまたは石英ウールで栓をします。
(5 本入り/1 パック)